



TESIS TK-092305

**KRISTALISASI *PATCHOULI ALCOHOL*
DARI MINYAK NILAM DENGAN METODE
*COOLING CRYSTALLIZATION***

BANGKIT GOTAMA
NRP 2312 201 003

DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA

PROGRAM MAGISTER
TEKNOLOGI PROSES
JURUSAN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2015



THESIS TK-092305

CRYSTALLIZATION OF PATCHOULI ALCOHOL FROM PATCHOULI OIL USING COOLING CRYSTALLIZATION METHOD

BANGKIT GOTAMA
NRP 2312 201 003

SUPERVISOR
Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA

MAGISTER PROGRAM
PROCESS OF TECHNOLOGY
CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA
2015

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Tesis ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Teknik (M.T.)
di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh :
Bangkit Gotama
NRP. 2312201003

Tanggal Ujian : 15 Januari 2015
Periode Wisuda : Maret 2015

Disetujui Oleh :

1. **Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA** (Pembimbing)
NIP. 1961 0802 1986 01 1001
2. **Prof. Dr. Ir. Arief Widjaja, M.Eng** (Penguji 1)
NIP. 1966 0523 1991 02 1001
3. **Dr. Ir. Sri Rachmania Juliastuti, M.Eng** (Penguji 2)
NIP. 1959 0730 1986 03 2001
4. **Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T.** (Penguji 3)
NIP. 1976 0918 2003 12 2002



Direktur Program Pascasarjana,

Prof. Dr. Ir. Adi Soeprijanto, M.T.

NIP. 1964 0405 1990 02 1001

KRISTALISASI *PATCHOULI ALCOHOL* DARI MINYAK NILAM DENGAN METODE *COOLING CRYSTALLIZATION*

Nama Mahasiswa : Bangkit Gotama
NRP : 2312201003
Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA

ABSTRAK

Minyak nilam merupakan salah satu komoditas minyak atsiri yang sangat penting di Indonesia. Namun ada beberapa kendala dalam industri ini sehingga menyebabkan harga produk minyak yang fluktuatif dan menurunkan daya saing industri minyak nilam nasional. Salah satu inovasi yang dapat dilakukan untuk meningkatkan daya saing adalah dengan membuat produk isolat dari minyak nilam yang memiliki nilai jual tinggi, yaitu *patchouli alcohol* (PA). Isolasi PA dari minyak nilam dapat dilakukan dengan kombinasi distilasi fraksinasi dan kristalisasi dengan pendinginan. Pada proses kristalisasi PA, perlu dilakukan optimalisasi agar diperoleh PA dengan propertis kristal berkualitas serta kemurnian yang tinggi. Salah satunya adalah dengan mengaplikasikan teknik *seeding* dalam proses kristalisasi PA. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh teknik *seeding* yang meliputi massa *seed*, ukuran *seed* dan suhu penambahan *seed* dan kecepatan pengadukan terhadap propertis kristal, kemurnian, *recovery* PA dan yield kristal. Dalam penelitian ini diawali dengan proses distilasi fraksinasi vakum minyak nilam. Kemudian dilanjutkan dengan kristalisasi. Lalu produk kristal *patchouli alcohol* dianalisa untuk mengetahui kualitasnya kristalnya. Dari hasil penelitian diperoleh kesimpulan yaitu dengan peningkatan massa *seed* mempengaruhi kenaikan yield kristal, dengan nilai rata – rata sebesar 1,49% - 3,75%. Peningkatan ukuran *seed* mempengaruhi penurunan yield kristal secara signifikan, dengan nilai rata – rata sebesar 5,01% - 7,89%. Dan peningkatan suhu *seeding* mempengaruhi yield kristal, dengan rentang nilai rata – rata sebesar 2,70% - 7,56%. Peningkatan kecepatan pengadukan mempengaruhi penurunan yield kristal sebesar 17,21%. Peningkatan massa *seed* mempengaruhi kenaikan kemurnian kristal *patchouli alcohol* dengan peningkatan sebesar 6,30% dan kenaikan *recovery patchouli alcohol* sebesar 6,28%. Teknik *seeding* dan kecepatan pengadukan mempengaruhi distribusi ukuran (panjang) kristal menjadi *bi-modal* dan *uni-modal* dan turut mempengaruhi ukuran rata – rata kristal serta bentuk kristal yang dihasilkan cenderung berbentuk jarum (*needle*), balok dan tak beraturan (*irregular*).

Kata kunci : kristalisasi, *patchouli alcohol*, minyak nilam, teknik *seeding*, *natural cooling*.

CRYSTALLIZATION OF PATCHOULI ALCOHOL FROM PATCHOULI OIL USING COOLING CRYSTALLIZATION METHOD

By : Bangkit Gotama
Student Identity Number : 2312201003
Supervisor : Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA

ABSTRACT

Patchouli oil is one of the essential oil commodities are very important in Indonesia. However there are some constraints in this industry thus causing patchouli oil prices fluctuated and reduce the competitiveness of Indonesian patchouli oil's industry. One innovation that can be done to improve competitiveness is to create a product isolates of patchouli oil that has a high value, namely patchouli alcohol (PA). Isolation PA from patchouli oil can be done with a combination of fractional distillation and cooling crystallization. In the crystallization of PA, optimization needed in order to obtain PA with high quality properties and high purity. One of them is to apply seeding technique in crystallization of PA. This study aims to determine the effect of seeding techniques which include seed mass, seed size and seeding temperature and stirring speed on crystal properties, purity, recovery PA and yield crystals. This study begins with fractional vacuum distillation process of patchouli oil. Then followed by cooling crystallization. And patchouli alcohol crystal was analyzed to determine the crystal quality. The results obtained are the increased of seed mass affects the increase in crystal yield, with average of 1.49% - 3.75%. Increased of seed size affects decreasing in crystal yield significantly, with average by 5.01% - 7.89%. And increased of seeding temperature affect in crystal yield, with a range of average of 2.70% - 7.56%. Increased stirring speed affects declining in crystal yield 17.21%. Increased of seed mass affects increasing in patchouli alcohol crystal purity with an increase of 6.30% as well as increasing recovery of patchouli alcohol with an increase of 6.28%. Seeding techniques and stirring speed affects the crystal size distribution (crystal length) becomes bi-modal and uni-modal, influence the average crystal size and the crystals tend to form needle, bar and irregular form.

Keywords : crystallization, patchouli alcohol, patchouli oil, seeding technique, natural cooling.

KATA PENGANTAR

Puji syukur kepada Tuhan Yang Maha Esa atas berkat dan anugerah-Nya sehingga kami dapat menyelesaikan laporan tesis yang berjudul :

**“KRISTALISASI *PATCHOULI ALCOHOL* DARI MINYAK NILAM
DENGAN METODE *COOLING CRYSTALLIZATION*”**

Laporan tesis ini merupakan salah satu syarat yang harus ditempuh untuk menyelesaikan Program Magister di Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya. Untuk itu kami mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Kedua orang tua dan kedua adikku yang telah banyak memberikan dorongan moril dan materiil.
2. Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA, selaku dosen pembimbing dan Kepala Laboratorium Teknologi Proses Kimia yang telah banyak memberikan saran, masukan, bimbingan selama pengerjaan penelitian dan penulisan laporan tesis ini.
3. Prof. Ir. Renanto Handogo, M.S., Ph.D dan Prof. Dr. Ir. Gede Wibawa, M.Eng selaku ketua dan sekretaris Program Studi Pascasarjana Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS.
4. Prof. Dr. Ir. Arief Widjaja, M.Eng; Dr. Ir. Sri Rachmania Juliastuti, M.Eng dan Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T., selaku dosen penguji atas saran dan masukkannya.
5. Yang terkasih Fifrin Sigilipu yang selalu memberikan dukungan dan semangat pada penulis baik suka maupun duka.
6. Seluruh dosen dan karyawan Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS.
7. Sumarto dan Nasrulloh sebagai Laboran Teknologi Proses Kimia atas bantuannya selama penulis melakukan penelitian.
8. Semua sahabat K47 “*Biasae Rek!*” atas segala dukungannya.
9. Semua rekan – rekan Laboratorium Teknologi Proses K48, K49, K50, K51 dan LJ atas segala dukungan, kebersamaan dan bantuannya.

10. Pak Leo Senobroto-PT Indesso dan Bu Lena-PT Malya Optima atas bantuan dan semangatnya.
11. Bu Wenny Irawaty dan Mas Adi Tama UWM Surabaya atas bantuannya dalam analisa GC.
12. Seluruh rekan Pascasarjana Teknik Kimia FTI-ITS yang selalu memberikan dukungan.
13. Serta semua pihak yang terlibat dalam penyusunan laporan tesis ini.

Kami menyadari bahwa penyusunan laporan tesis ini masih jauh dari sempurna, karena itu kami mengharapkan segala kritik dan saran yang membangun. Semoga tugas akhir ini dapat bermanfaat bagi kita semua. Atas perhatiannya kami ucapkan terima kasih.

Surabaya, Januari 2015

Penyusun

DAFTAR ISI

Lembar Persetujuan	i
Kata Pengantar	ii
Abstrak	iv
Abstract	v
Daftar Isi	vi
Daftar Gambar	viii
Daftar Tabel	xii
Daftar Notasi	xiv
BAB 1 Pendahuluan	
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Perumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian	4
1.4. Manfaat Penelitian	4
BAB 2 Kajian Pustaka dan Dasar Teori	
2.1 Minyak Nilam	6
2.2 <i>Patchouli Alcohol</i>	8
2.3 Kristalisasi	9
2.4 Kristalisasi dengan Pendinginan	16
2.5 Teknik Pemberian <i>Seed</i>	18
2.6 Propertis Kristal	19
2.7 Penelitian Terdahulu	22
BAB 3 Metoda Penelitian	
3.1. Rancangan Penelitian	24
3.2. Bahan dan Peralatan Penelitian	24
3.3. Prosedur Penelitian	26
3.4. Kondisi Operasi dan Variabel Penelitian	28
3.5. Analisa Hasil	29
3.6. Analisa Data	30

BAB 4 Hasil dan Pembahasan	
4.1.	Distilasi Fraksinasi Vakum Minyak Nilam 31
4.2.	Kristalisasi <i>Patchouli Alcohol</i> dari Distilat Minyak Nilam 36
4.3.	Pengaruh Teknik <i>Seeding</i> terhadap Yield Kristal <i>Patchouli Alcohol</i> 37
4.3.1.	Pengaruh Massa <i>Seed</i> terhadap Yield Kristal <i>Patchouli Alcohol</i> 37
4.3.2.	Pengaruh Ukuran <i>Seed</i> terhadap Yield Kristal <i>Patchouli Alcohol</i> 39
4.3.3.	Pengaruh Suhu <i>Seeding</i> terhadap Yield Kristal <i>Patchouli Alcohol</i> 41
4.4.	Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Yield Kristal <i>Patchouli Alcohol</i> 43
4.5.	Pengaruh Teknik <i>Seeding</i> terhadap Kemurnian Kristal dan <i>Recovery Patchouli Alcohol</i> 44
4.6.	Pengaruh Teknik <i>Seeding</i> terhadap Distribusi Ukuran, Panjang Rata – Rata dan Bentuk Kristal <i>Patchouli Alcohol</i> 47
4.6.1.	Pengaruh Massa <i>Seed</i> terhadap Distribusi Ukuran, Panjang Rata – Rata dan Bentuk Kristal <i>Patchouli Alcohol</i> 47
4.6.2.	Pengaruh Ukuran <i>Seed</i> terhadap Distribusi Ukuran, Panjang Rata – Rata dan Bentuk Kristal <i>Patchouli Alcohol</i> 48
4.6.3.	Pengaruh Suhu <i>Seeding</i> terhadap Distribusi Ukuran, Panjang Rata – Rata dan Bentuk Kristal <i>Patchouli Alcohol</i> 51
4.7.	Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Distribusi Ukuran, Panjang Rata – Rata dan Bentuk Kristal <i>Patchouli Alcohol</i> 53
BAB 5 Kesimpulan dan Saran	
5.1.	Kesimpulan 55
5.2.	Saran 56
Daftar Pustaka	
Lampiran	

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Karakteristik Minyak Nilam	6
Tabel 2.2	Senyawa Penyusun Minyak Nilam	7
Tabel 2.3	Propertis <i>Patchouli Alcohol</i>	8
Tabel 2.4	Penelitian Terdahulu	22
Tabel 3.1	Variabel Penelitian	29
Tabel 3.2	Analisa Hasil	29
Tabel 3.3	Analisa Data	30
Tabel 4.1	Data Hasil Eksperimen Distilasi Fraksinasi	32
Tabel 4.2	Hasil Resume Distilasi Fraksinasi – Kristalisasi <i>Patchouli Alcohol</i> (1)	46
Tabel 4.3	Hasil Resume Distilasi Fraksinasi – Kristalisasi <i>Patchouli Alcohol</i> (2)	46
Tabel 4.4	Perbandingan Hasil dari Beberapa Peneliti	46

“Halaman Sengaja Dikosongkan”

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	<i>Patchouli Alcohol</i>	9
Gambar 2.2	Hubungan antara supersaturasi dengan laju nukleasi, pertumbuhan kristal dan ukuran kristal	10
Gambar 2.3	Kurva kelarutan dan mekanisme supersaturasi	12
Gambar 2.4	Teori mekanisme nukleasi homogen (<i>homogeneous nucleation</i>)	13
Gambar 2.5	Berbagai teori mekanisme nukleasi heterogen (<i>heterogeneous nucleation</i>)	14
Gambar 2.6	Mekanisme pertumbuhan kristal	15
Gambar 2.7	<i>Cooling crystallization</i>	16
Gambar 2.8	Profil suhu <i>cooling crystallization</i>	17
Gambar 2.9	Kristal : (a) <i>Sphere</i> ; (b) <i>Cubic</i> dan (c) <i>Irregular</i>	20
Gambar 2.10	<i>Crystal size distribution ammonium sulphate</i>	21
Gambar 2.11	Kristal : (a) <i>Needle-like</i> ; (b) <i>Plate-like</i> dan (c) <i>Cubic-like</i> .	22
Gambar 3.1	Skema penelitian	24
Gambar 3.2	Peralatan distilasi fraksinasi vakum	25
Gambar 3.3	Peralatan kristalisasi	26
Gambar 3.4	Diagram alir kristalisasi	28
Gambar 4.1	Hubungan antara fraksi suhu dengan densitas distilat minyak nilam	32
Gambar 4.2	Hubungan antara fraksi suhu dengan kadar PA distilat minyak nilam	33
Gambar 4.3	Hasil kromatogram larutan standar <i>patchouli alcohol</i>	34
Gambar 4.4	Hasil kromatogram fraksi I distilat	35
Gambar 4.5	Hasil kromatogram fraksi IV distilat	36
Gambar 4.6	Kristal <i>patchouli alcohol</i> hasil proses kristalisasi	37
Gambar 4.7	Pengaruh massa <i>seed</i> terhadap % yield kristal pada suhu <i>seeding</i> 10 °C	38

Gambar 4.8	Pengaruh massa <i>seed</i> terhadap % yield kristal pada suhu <i>seeding</i> 20 °C	38
Gambar 4.9	Pengaruh massa <i>seed</i> terhadap % yield kristal pada suhu <i>seeding</i> 30 °C	39
Gambar 4.10	Pengaruh ukuran <i>seed</i> terhadap % yield kristal pada massa <i>seed</i> 0,4 gram	40
Gambar 4.11	Pengaruh ukuran <i>seed</i> terhadap % yield kristal pada massa <i>seed</i> 0,8 gram	40
Gambar 4.12	Pengaruh ukuran <i>seed</i> terhadap % yield kristal pada massa <i>seed</i> 1,2 gram	41
Gambar 4.13	Pengaruh suhu <i>seeding</i> terhadap % yield kristal pada ukuran <i>seed</i> 80 mesh	42
Gambar 4.14	Pengaruh suhu <i>seeding</i> terhadap % yield kristal pada ukuran <i>seed</i> 70 mesh	42
Gambar 4.15	Pengaruh suhu <i>seeding</i> terhadap % yield kristal pada ukuran <i>seed</i> 60 mesh	43
Gambar 4.16	Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap % yield kristal pada kondisi : massa <i>seed</i> 1,2 gram; ukuran 70 mesh dan suhu <i>seeding</i> 10 °C	44
Gambar 4.17	Pengaruh massa <i>seed</i> terhadap % PA dan % <i>Recovery</i> PA pada kondisi : ukuran <i>seed</i> 80 mesh, suhu <i>seeding</i> 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm	45
Gambar 4.18	Pengaruh massa <i>seed</i> terhadap distribusi ukuran kristal PA pada kondisi : ukuran <i>seed</i> 80 mesh, suhu <i>seeding</i> 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm	47
Gambar 4.19	Pengaruh massa <i>seed</i> terhadap ukuran kristal PA rata – rata pada kondisi : ukuran <i>seed</i> 80 mesh, suhu <i>seeding</i> 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm	48
Gambar 4.20	Pengaruh massa <i>seed</i> terhadap bentuk kristal PA pada kondisi : ukuran <i>seed</i> 80 mesh, suhu <i>seeding</i> 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm	48

Gambar 4.21	Pengaruh ukuran <i>seed</i> terhadap distribusi ukuran kristal PA pada kondisi : massa <i>seed</i> 0,4 gram; suhu <i>seeding</i> 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm	49
Gambar 4.22	Pengaruh ukuran <i>seed</i> terhadap ukuran kristal PA rata – rata pada kondisi : massa <i>seed</i> 0,4 gram; suhu <i>seeding</i> 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm	50
Gambar 4.23	Pengaruh ukuran <i>seed</i> terhadap bentuk kristal PA pada kondisi : massa <i>seed</i> 0,4 gram; suhu <i>seeding</i> 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm	50
Gambar 4.24	Pengaruh suhu <i>seeding</i> terhadap distribusi ukuran kristal PA pada kondisi : massa <i>seed</i> 0,4 gram; ukuran <i>seed</i> 80 mesh dan kecepatan pengadukan 40 rpm	51
Gambar 4.25	Pengaruh suhu <i>seeding</i> terhadap ukuran kristal PA rata – rata pada kondisi : massa <i>seed</i> 0,4 gram; ukuran <i>seed</i> 80 mesh dan kecepatan pengadukan 40 rpm	52
Gambar 4.26	Pengaruh suhu <i>seeding</i> terhadap bentuk kristal PA pada kondisi : massa <i>seed</i> 0,4 gram; ukuran <i>seed</i> 80 mesh dan kecepatan pengadukan 40 rpm	52
Gambar 4.27	Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap distribusi ukuran kristal PA pada kondisi : massa <i>seed</i> 1,2 gram; ukuran <i>seed</i> 70 mesh dan suhu <i>seeding</i> 10°C	53
Gambar 4.28	Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap ukuran kristal PA rata – rata pada kondisi : massa <i>seed</i> 1,2 gram; ukuran <i>seed</i> 70 mesh dan suhu <i>seeding</i> 10°C	54
Gambar 4.29	Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap bentuk kristal PA pada kondisi : massa <i>seed</i> 1,2 gram; ukuran <i>seed</i> 70 mesh dan suhu <i>seeding</i> 10°C	54

“Halaman Sengaja Dikosongkan”

BAB 1

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Minyak nilam merupakan salah satu komoditas ekspor minyak atsiri yang sangat penting di Indonesia. Hal tersebut dikarenakan, minyak nilam banyak digunakan dalam berbagai jenis industri, seperti industri parfum, kosmetik, sabun, deodoran, farmasi dan sebagainya. Hal tersebut yang mendorong peningkatan kebutuhan akan produk minyak nilam, dengan laju peningkatan kebutuhan sebesar 5% tiap tahunnya. Oleh karena itu, industri pengolahan minyak nilam di Indonesia sangat potensial sebagai produk komoditas ekspor unggulan minyak atsiri.

Dalam industri parfum, minyak nilam memiliki peranan penting dalam produk parfum yang dihasilkan. Hal tersebut dikarenakan minyak nilam berfungsi sebagai bahan fiksatif (zat pengikat) terhadap bahan pewangi. Fungsi fiksatif mampu menahan laju penguapan zat pewangi agar aromanya lebih tahan lama. Pada industri parfum, fungsi minyak nilam tidak dapat digantikan oleh senyawa sintetik karena sangat berperan dalam menentukan kekuatan, sifat dan ketahanan wangi parfum tersebut (Busthan, 2011).

Parameter mutu dari minyak nilam adalah kadar *patchouli alcohol*, dimana senyawa *oxygenated sesquiterpene* tersebut harus memiliki kadar minimum *patchouli alcohol* sebesar 30% dalam perdagangan internasional. Dilihat dari potensinya, industri minyak nilam memiliki prospek yang sangat cerah, tetapi juga memiliki banyak kendala dalam industri ini. Antara lain adalah kuantitas perolehan minyak (rendemen) yang rendah, kualitas minyak yang tidak konsisten, produksi yang tidak kontinu sehingga mengakibatkan harga yang fluktuatif dan menurunkan daya saing industri minyak nilam nasional di pasar global.

Untuk mengatasi permasalahan tersebut beberapa langkah – langkah yang harus ditempuh antara lain meningkatkan kualitas produk minyak nilam mulai dari perbaikan budidaya tanaman nilam, sistem panen hingga tahap pasca

panen. Selain itu, pengambilan (isolasi) atau rekayasa produk turunan (derivat) dalam minyak nilam yang bernilai tinggi melalui proses ekstraksi ataupun fraksinasi sangat diperlukan untuk meningkatkan nilai tambah dari industri ini (Gunawan, 2009).

Beberapa peneliti telah mengembangkan metode kristalisasi sebagai metode isolasi dan purifikasi *patchouli alcohol* dari minyak nilam untuk meningkatkan nilai tambah produk. *Patchouli alcohol* sendiri merupakan senyawa yang memiliki nilai komersil tinggi karena berpotensi untuk dikembangkan sebagai bahan obat – obatan (*drugs*), seperti *anti inflammatory* (Li dkk, 2011b; Xian dkk, 2011), *anti influenza* (Wu dkk, 2011; Kiyohara dkk, 2012; Li dkk, 2012), *anti cancer* (Jeong dkk, 2013) dan *immunomodulatory* (Liao dkk, 2013).

Beberapa metode isolasi dan purifikasi *patchouli alcohol* seperti metode distilasi molekuler (Laksmono dkk, 2005), deterpenasi (Hernani dkk, 2002; Silviana, 2006), distilasi fraksinasi (Ma'mun dan Maryadhi, 2008; Isfaroiny dan Mitarlis, 2005; Yudisthira dan Sufianti, 2009). Selain itu, kombinasi metode distilasi fraksinasi dengan kristalisasi mampu menghasilkan kristal *patchouli alcohol* dengan kemurnian tinggi (Widiyanto dan Nugroho, 2010; Su dkk, 2014). Metode lain yang juga dikembangkan untuk memperoleh kristal *patchouli alcohol* seperti metode *high performance centrifugal partition chromatography* (HPCPC) (Li dkk, 2011a) dan *host-guest inclusion* (Tong dkk, 2012).

Pada proses kristalisasi, supersaturasi atau kondisi lewat jenuh sangat besar perannya, karena menginisiasi terbentuknya inti kristal (nukleasi) dan mempengaruhi perubahan inti kristal menjadi kristal (pertumbuhan kristal). Secara umum, supersaturasi dapat diciptakan dengan berbagai cara, seperti pendinginan, penguapan pelarut, penambahan pelarut ketiga dan reaksi kimia. Umumnya pada proses kristalisasi senyawa organik, supersaturasi dapat diciptakan dengan metode pendinginan. Metode pendinginan yang umum digunakan adalah metode dengan laju pendinginan alami (*natural cooling*), laju pendinginan linier (*linear cooling*) dan laju pendinginan yang terkontrol (*controlled cooling*) (Tung dkk, 2009).

Dari beberapa metode diatas, *natural cooling* merupakan metode pendinginan yang paling mudah diaplikasikan karena tidak membutuhkan pengendalian suhu serta mampu memproduksi kristal yang berkualitas.

Kelemahan metode ini adalah level supersaturasi yang dihasilkan menjadi sangat tinggi yang diakibatkan oleh penurunan suhu larutan yang terlalu cepat pada awal kristalisasi. Akibatnya, supersaturasi selain mempengaruhi pertumbuhan kristal juga menciptakan nukleasi sekunder yang mendominasi proses kristalisasi. Hal tersebut menimbulkan terbentuknya kristal – kristal berukuran lebih kecil, sehingga dapat menurunkan ukuran rata – rata kristal dan distribusi ukuran kristal menjadi tidak merata (Doki dkk, 2001; Hojjati dan Rohani, 2005).

Teknik *seeding* (*seeding technique*) merupakan salah satu upaya optimalisasi proses kristalisasi untuk mendapatkan kristal dengan propertis yang berkualitas (distribusi ukuran, ukuran rata – rata, bentuk serta kemurnian kristal). Dengan meningkatkan massa *seed* yang ditambahkan pada kristalisasi, dapat menurunkan level supersaturasi pada semua laju pendinginan. Terutama pada laju pendinginan *natural cooling*, kenaikan massa *seed* sangat berpengaruh signifikan terhadap ukuran kristal rata – rata. *Seed* yang ditambahkan untuk menekan nukleasi sekunder tergantung dari ukuran, massa dan kualitas maupun laju pendinginan proses kristalisasinya (Hojjati dan Rohani, 2005). Selain itu, suhu pada saat penambahan *seed* juga turut mempengaruhi proses kristalisasi (O’Sullivan dkk, 2012).

Dari pemaparan diatas menunjukkan bahwa metode isolasi dan purifikasi dengan kristalisasi mampu menghasilkan produk dengan kemurnian yang tinggi. Dalam metode kristalisasi, supersaturasi dengan optimalisasi *seeding* mampu menghasilkan produk yang berkualitas. Oleh karena itu, diperlukan penelitian lebih lanjut untuk meningkatkan kualitas propertis kristal.

1.2 Perumusan Masalah

Pada penelitian terdahulu, proses isolasi dan purifikasi *patchouli alcohol* hanya dilakukan dengan proses pendinginan dari distilat minyak nilam hasil proses distilasi fraksinasi. Dengan atau tanpa adanya penambahan *seed* dengan jumlah tertentu dapat diperoleh kristal *patchouli alcohol*. Namun tidak menghasilkan kualitas propertis kristal yang baik, yaitu distribusi ukuran yang kurang merata serta memerlukan proses rekristalisasi dengan penambahan pelarut tambahan untuk mendapatkan kristal dengan kemurnian yang tinggi.

Proses kristalisasi *patchouli alcohol* dari distilat minyak nilam dengan menggunakan metode teknik *seeding* yang meliputi massa *seed*, ukuran rata – rata *seed* dan suhu pada saat penambahan *seed*, diharapkan hanya proses pertumbuhan kristal (*crystal growth*) yang berlangsung, sehingga produk yang dihasilkan memiliki kemurnian dan yield tinggi dan tidak memerlukan proses rekristalisasi lagi. Kecepatan pengadukan turut berpengaruh terhadap ukuran produk kristal yang dihasilkan. Kondisi hidrodinamika sistem akibat adanya perubahan kecepatan pengadukan sangat berhubungan dengan transfer massa dalam proses kristalisasi.

Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan dipelajari pengaruh metode *seeding* yang meliputi massa *seed*, ukuran *seed* dan suhu pemberian *seed* dan pengaruh kecepatan pengadukan terhadap kualitas propertis kristal (distribusi ukuran, ukuran rata – rata produk dan bentuk kristal), kemurnian, *recovery patchouli alcohol* dan yield kristal.

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini adalah :

1. Mempelajari pembentukan kristal *patchouli alcohol* dari kristalisasi minyak nilam dengan metode *cooling crystallization*.
2. Mempelajari pengaruh massa *seed*, ukuran *seed* dan suhu penambahan *seed* terhadap propertis kristal, kemurnian, *recovery patchouli alcohol* dan yield kristal dengan metode *cooling crystallization*.
3. Mempelajari pengaruh kecepatan pengadukan terhadap propertis kristal, kemurnian, *recovery patchouli alcohol* dan yield kristal dengan metode *cooling crystallization*.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah :

1. Penelitian ini diharapkan memberikan kontribusi dalam pengembangan produk isolasi atau turunan dari minyak nilam sebagai upaya peningkatan nilai tambah produk industri minyak nilam.

2. Memberikan manfaat bagi peneliti selanjutnya untuk mengembangkan proses pemisahan *patchouli alcohol* dari minyak nilam dengan metode kristalisasi.

BAB 3

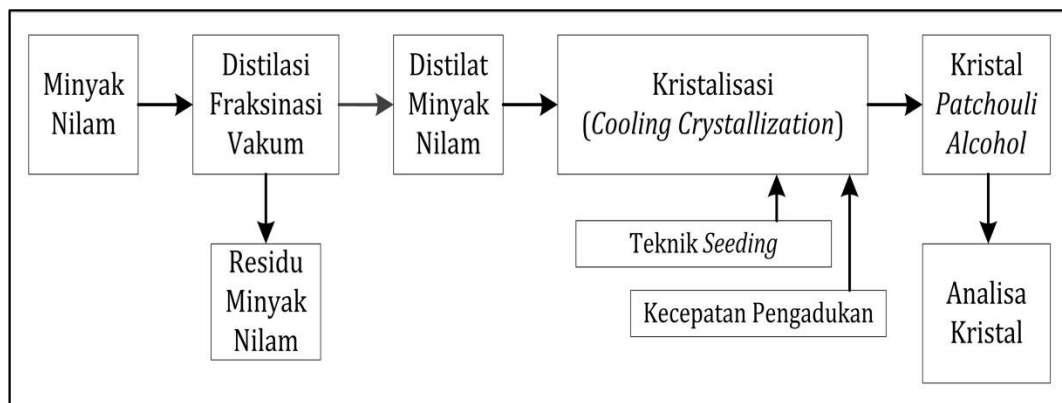
METODA PENELITIAN

3.1 Rancangan Penelitian

Penelitian ini akan mempelajari proses kristalisasi *patchouli alcohol* dari minyak nilam dengan metode *natural cooling crystallization* (*cooling crystallization* dengan laju pendinginan alami). Penelitian ini dilaksanakan secara bertahap meliputi :

- Peningkatan kadar *patchouli alcohol* dalam minyak nilam dengan metode distilasi fraksinasi vakum.
- Kristalisasi *patchouli alcohol* dengan laju pendinginan alami.
- Analisa kristal *patchouli alcohol*.

Berikut skema penelitian kristalisasi *patchouli alcohol* dari minyak nilam dengan metode *natural cooling crystallization* adalah :



Gambar 3.1 Skema penelitian

3.2 Bahan dan Peralatan Penelitian

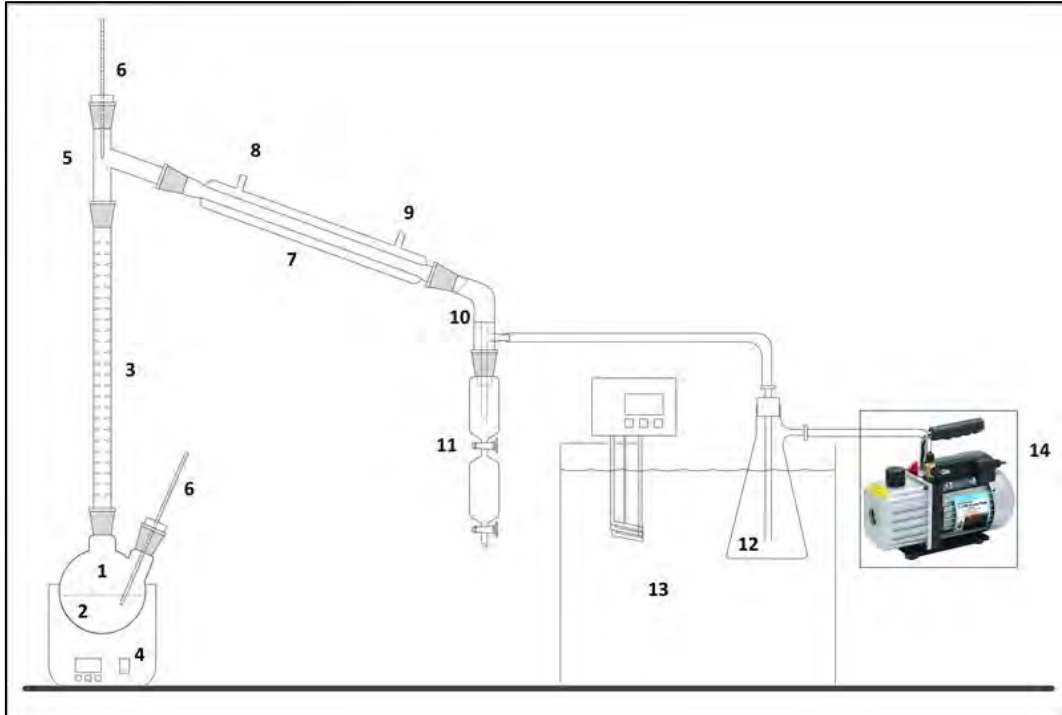
3.2.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

- Minyak Nilam : Kandungan *Patchouli alcohol* 33,53%
- *Patchouli alcohol seed* : Kristal *Patchouli alcohol* 92,09 %
- Media penukar panas : Larutan *ethylene glycol*

3.2.2 Peralatan Penelitian

1. Distilasi Fraksinasi Vakum

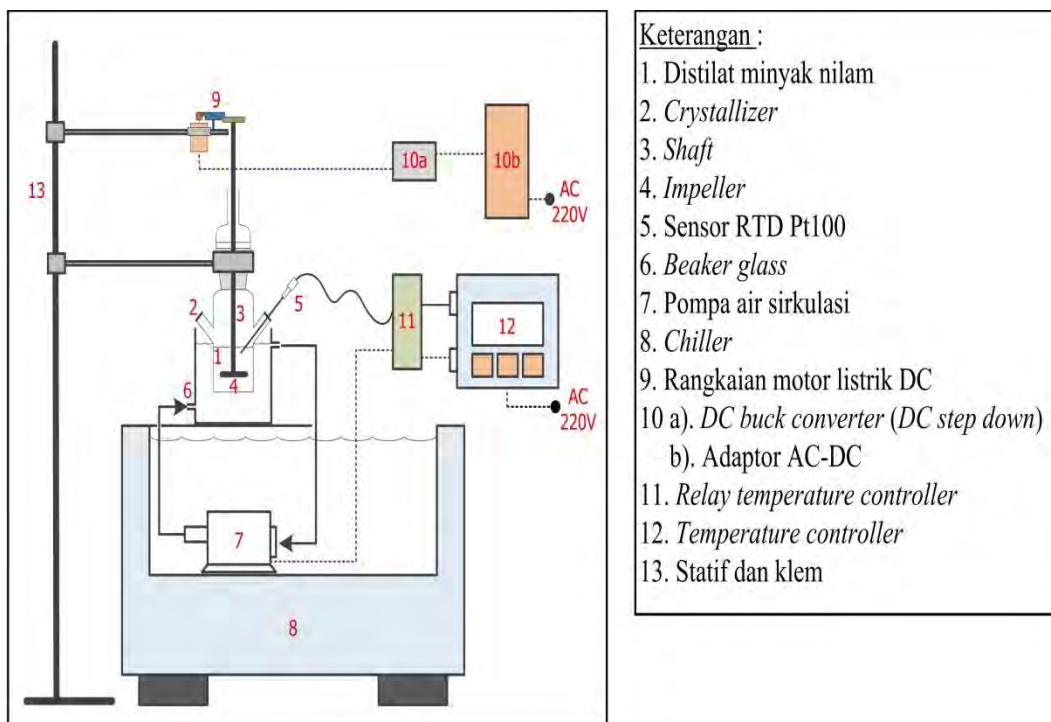


Keterangan :

- | | |
|--------------------------|------------------------|
| 1. Labu distilasi | 9. Air pendingin masuk |
| 2. Distilat minyak nilam | 10. Vacuum receiver |
| 3. Kolom fraksinasi | 11. Penampung distilat |
| 4. Heating mantle | 12. Vacuum trap |
| 5. Still head | 13. Chiller |
| 6. Termometer | 14. Pompa vakum |
| 7. Kondensor liebigh | 15. Gelas ukur |
| 8. Air pendingin keluar | |

Gambar 3.2 Peralatan distilasi fraksinasi vakum

2. Kristalisasi



Gambar 3.3 Peralatan kristalisasi

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Distilasi Fraksinasi Vakum

Langkah awal dalam tahap ini adalah menyusun peralatan distilasi fraksinasi vakum seperti pada gambar 3.2. Total volume bahan baku minyak nilam yang digunakan adalah 8 liter dan terbagi dalam 8 kali *running* proses distilasi dengan masing – masing volume bahan baku adalah 1 liter. Kemudian minyak nilam sebanyak 1 liter dimasukkan ke dalam labu distilasi. Lalu menghidupkan pompa vakum dengan tekanan vakum -70 cmHg (*gauge*). Langkah berikutnya adalah menghidupkan *heating mantle* untuk memanaskan labu distilasi dan kemudian mencatat suhu ketika distilat pertama kali menetes (*boiling point*). Setelah itu mengambil distilat yang telah menetes sesuai dengan fraksi – fraksi suhu yang ditentukan. Distilat dari 8 proses distilasi tersebut dikumpulkan sesuai dengan fraksi – fraksi suhunya. Kemudian fraksi – fraksi distilat

yang telah terkumpul, dihitung densitas dan kadar *patchouli alcohol*-nya dengan analisa *gas chromatography*.

3.3.2 Kristalisasi

a) Preparasi Seed

Langkah awal pada tahap ini adalah *seed* kristal *patchouli alcohol* digerus (*grinding*) lalu dicuci dengan menggunakan *aqua bidest* selama 1 jam, kemudian disaring dan dikeringkan pada suhu ruang selama 24 jam. *Seed* yang telah kering kemudian dipisahkan dengan metode pengayakan (*sieving*) hingga didapatkan tiga fraksi massa *seed*. Fraksi *sieving* yang digunakan adalah -70/+80 mesh dengan ukuran rata – rata *seed* 196 μm ; -60/+70 mesh dengan ukuran rata – rata *seed* 231 μm dan -50/+60 mesh dengan ukuran rata – rata *seed* 275 μm . Selanjutnya *seed* dapat digunakan dalam proses kristalisasi.

b) Kristalisasi

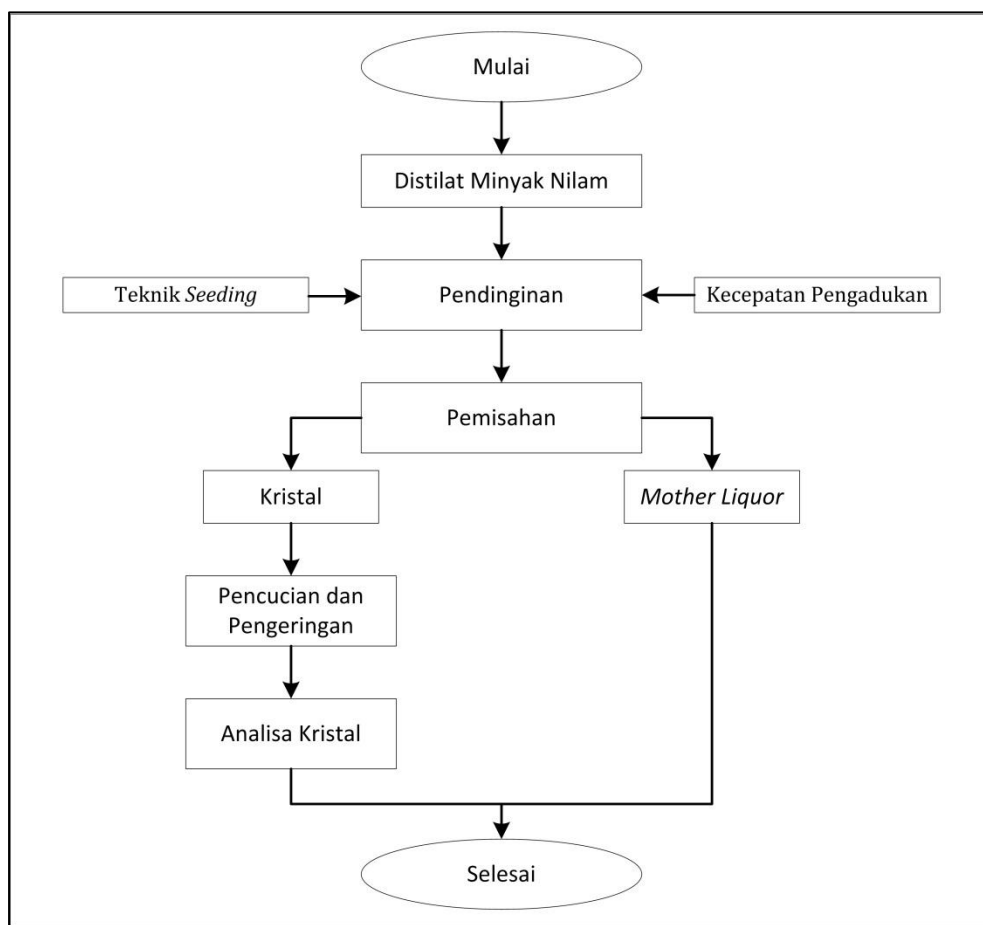
Langkah awal dalam tahap ini adalah menyusun peralatan kristalisasi seperti pada gambar 3.3. Kemudian memasukkan distilat minyak nilam hasil tahap sebelumnya ke dalam *crystallizer* sebanyak 40 gram. Kemudian memanaskan distilat tersebut dengan menggunakan waterbath hingga mencapai suhu $\pm 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ selama 10 menit. Lalu distilat minyak nilam dengan suhu sekitar $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ tersebut dipindahkan ke dalam sistem pendinginan *chiller* seperti pada gambar 3.3.

Proses pendinginan kristalisasi dilakukan dengan laju pendinginan alami (*natural cooling*) dari suhu $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ hingga suhu $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. Waktu pendinginannya selama 2 hari serta diaduk dengan kecepatan pengadukan 40 rpm (variabel lainnya : 50 dan 60 rpm).

Ketika suhu distilat minyak nilam mencapai suhu *seeding* $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ (variabel lainnya : 20 dan $30\text{ }^{\circ}\text{C}$), ke dalam *crystallizer* dimasukkan sejumlah *seed* dengan massa 0,4 gram (variabel lainnya : 0,8 dan 1,2 gram) dan ukuran rata – rata *seed* 80 mesh (variabel lainnya : 70 dan 60 mesh).

Setelah 2 hari pendinginan, kristal dan *mother liquor*-nya dikeluarkan dari *crystallizer*. Kemudian memisahkan kristal dan *mother liquor* dengan sistem penyaringan menggunakan pompa vakum. Kristal yang telah diperoleh dicuci dengan aquadest dan dikeringkan pada suhu ruang selama 1 hari. Selanjutnya melakukan analisa terhadap kristal yang telah diperoleh.

c) Diagram Alir Kristalisasi



Gambar 3.4 Diagram alir kristalisasi

3.4 Kondisi Operasi dan Variabel Penelitian

Kondisi operasi dalam penelitian ini adalah :

Distilasi

- Volume minyak nilam : 8 liter (8 kali distilasi @1 liter)
- Tekanan operasi : -70 cmHg (*gauge*)

- Fraksi distilat : Fraksi I (165-175°C),
II (175-185°C), III (185-195°C) dan
IV (195-205°C).

Kristalisasi

- Massa distilat minyak nilam : 40 gr
- Suhu awal kristalisasi : 60 °C
- Suhu akhir kristalisasi : 0 °C
- Waktu pendinginan : 2 hari

Variabel yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

Tabel 3.1 Variabel Penelitian

Variabel	Variasi Nilai
Massa <i>Seed</i> (M_S)	0,4; 0,8 dan 1,2 gr
Ukuran rata – rata <i>Seed</i> (L_S)	80, 70 dan 60 mesh
Suhu <i>Seeding</i> (T_S)	10; 20 dan 30 °C
Kecepatan Pengadukan (S)	40, 50, 60 rpm

3.5 Analisa Hasil

Analisa hasil yang akan dilakukan adalah :

Tabel 3.2 Analisa Hasil

No	Besaran	Alat/Metode Pengukuran
1	Densitas minyak nilam	Piknometer
2	Kadar <i>patchouli alcohol</i> minyak nilam	GC (<i>Gas Chromatography</i>)
3	Volume minyak nilam	Gelas ukur
4	Massa kristal	Neraca analitik
5	Ukuran rata – rata dan distribusi ukuran kristal	<i>Image Analysis</i> dari <i>digital camera</i>
6	Kemurnian kristal <i>patchouli alcohol</i>	GC (<i>Gas Chromatography</i>)
7	Bentuk kristal	<i>Digital camera</i>

3.6 Analisa Data

Dari analisa hasil yang telah dilakukan, maka dilakukan analisa data untuk mengukur parameter – parameter dalam penelitian kristalisasi, yaitu :

Tabel 3.3 Analisa Data

No	Besaran	Metode Pengukuran
1	Yield kristal	Perbandingan massa kristal (dikurangi massa <i>seed</i>) terhadap massa distilat minyak nilam fraksi IV. $Yield (\%) = \frac{(M_K - M_S)}{M_D} \times 100\% \dots (3.1)$
2	<i>Recovery patchouli alcohol</i> (PA)	Perbandingan massa <i>patchouli alcohol</i> kristal (dikurangi massa <i>patchouli alcohol seed</i>) terhadap massa <i>patchouli alcohol</i> distilat minyak nilam fraksi IV. $Recovery (\%) = \frac{(M_K \times \%PA_K) - (M_S \times \%PA_S)}{M_D \times \%PA_D} \times 100\% \dots (3.2)$

Untuk menganalisis variabel terhadap parameter yang diuji, maka dilakukan plotting data sebagai berikut :

1. Besaran massa *seed*, ukuran *seed* dan suhu *seeding* terhadap propertis (distribusi ukuran, ukuran, bentuk), kemurnian, dan yield kristal serta *recovery patchouli alcohol*.
2. Besaran kecepatan pengadukan terhadap propertis (distribusi ukuran, ukuran, bentuk), kemurnian, dan yield kristal serta *recovery patchouli alcohol*.

BAB 4

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Distilasi Fraksinasi Vakum Minyak Nilam

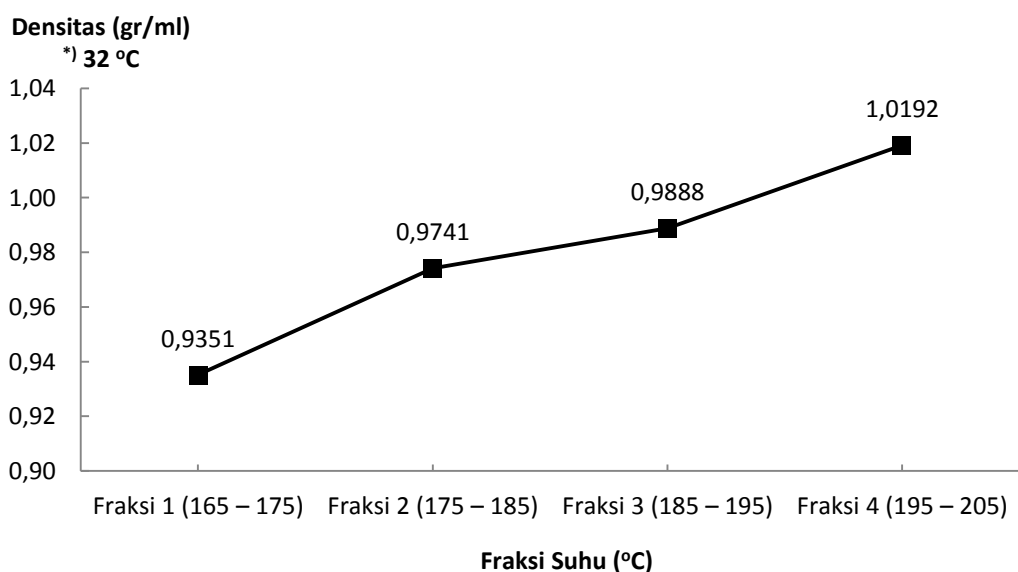
Distilasi fraksinasi merupakan proses pemisahan suatu campuran larutan menjadi beberapa senyawa tertentu atau fraksi dimana pemisahannya berdasarkan perbedaan titik didih setiap senyawa tidak terlalu besar. Pada proses distilasi fraksinasi minyak nilam, proses ini digunakan untuk memisahkan senyawa *patchouli alcohol* dari minyak nilam. Hal tersebut dikarenakan minyak nilam memiliki banyak senyawa – senyawa organik terpen hidrokarbon maupun hidrokarbon beroksigen yang memiliki titik didih berdekatan seperti pada tabel 2.2. Dari tabel tersebut, *patchouli alcohol* memiliki titik didih sekitar 287 – 288 °C pada tekanan atmosferik. Pada penelitian ini, proses distilasi fraksinasi dilakukan pada tekanan vakum. Hal ini dikarenakan proses distilasi pada tekanan atmosferik membutuhkan suhu yang sangat tinggi untuk memisahkan *patchouli alcohol*, akibatnya akan menyebabkan kerusakan bahan baku minyak nilam. Oleh karena itu, proses distilasi fraksinasi dilakukan pada tekanan vakum. Sehingga suhu operasi tidak terlalu tinggi dan minyak nilam tidak mengalami kerusakan (Ma'mun dan Maryadhi, 2008; Isfaroiny dan Mitarlis, 2005; Yudisthira dan Sufianti, 2009; Widiyanto dan Nugroho, 2010).

Total bahan baku minyak nilam (kadar *patchouli alcohol* sebesar 33,53%) yang digunakan pada proses distilasi fraksinasi adalah sebanyak 8 liter. Proses tersebut dilakukan sebanyak 8 kali dengan masing – masing volume minyak nilam yang digunakan adalah 1 liter. Proses distilasi fraksinasi vakum bekerja pada tekanan vakum -70cmHg (*gauge*). Tekanan tersebut dipilih dikarenakan tekanan tersebut adalah tekanan maksimum yang dapat dicapai oleh peralatan distilasi fraksinasi vakum. Dari hasil distilasi didapatkan 4 fraksi distilat dan 1 fraksi residu yang telah dijelaskan dalam tabel 4.1. Hasil distilasi fraksinasi vakum yang diperoleh adalah fraksi I (165 – 175°C) dengan volume distilat 2.344 ml dan volume distilat rata – rata 293 ml, fraksi II (175 – 185°C) dengan volume

distilat 1.776 ml dan volume distilat rata – rata 222 ml, fraksi III (185 – 195°C) dengan volume distilat 1.680 ml dan volume distilat rata – rata 210 ml serta fraksi IV (195 – 205°C) dengan volume distilat 1.528 ml dan volume distilat rata – rata sebanyak 191 ml. Residu yang diperoleh sebesar 232 ml (volume residu rata – rata 29 ml) dengan titik didih lebih dari 205 °C. Volume minyak nilam yang hilang sebesar 440 ml (5,5%). Titik didih awal distilasi fraksinasi terjadi pada rentang suhu 165 – 170 °C dengan titik didih awal rata – rata 167,1 °C.

Tabel 4.1. Hasil Eksperimen Distilasi Fraksinasi

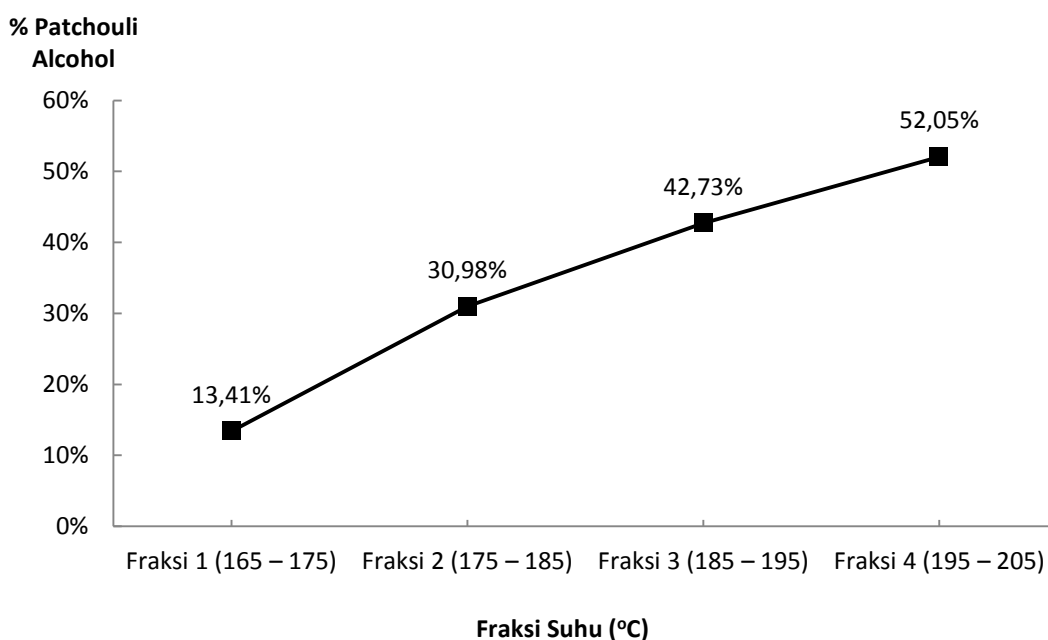
Proses Distilasi ke -	Titik Didih Awal (°C)	Volume Distilat (ml)				Residu	Minyak Hilang
		Fraksi I (165-175°C)	Fraksi II (175-185°C)	Fraksi III (185-195°C)	Fraksi IV 195-205°C)		
1	165	307	199	226	169	28	71
2	166	293	256	178	188	44	41
3	166	281	219	232	210	23	35
4	167	297	221	199	199	12	72
5	167	305	215	230	192	33	25
6	170	272	218	189	193	59	69
7	168	293	214	219	200	22	52
8	167,5	296	234	207	177	11	75
Rata – rata	167,1	293	222	210	191	29	55
Jumlah		2.344	1.776	1.680	1.528	232	440



Gambar 4.1 Hubungan antara fraksi suhu dengan densitas distilat minyak nilam.

Perbedaan hasil volume distilat dan titik didih awal dapat disebabkan karena perbedaan komposisi bahan baku minyak nilam dalam tiap proses distilasi walaupun berasal dari satu sumber serta disebabkan karena fluktuasi tekanan vakum yang dicapai walaupun perbedaannya sangat kecil.

Pada gambar 4.1 menunjukkan perubahan densitas distilat minyak nilam dari tiap – tiap fraksi distilat. Dengan kenaikan suhu fraksi maka densitas distilat akan mengalami peningkatan. Hal tersebut dikarenakan adanya pengaruh dari titik didih dengan berat molekul senyawa – senyawa terpen dalam minyak nilam. Semakin meningkat suhu fraksi maka semakin banyak senyawa dengan titik didih tinggi yang terpisahkan dimana senyawa – senyawa tersebut memiliki berat molekul yang tinggi. Sehingga fraksi distilat akan memiliki densitas yang semakin meningkat.

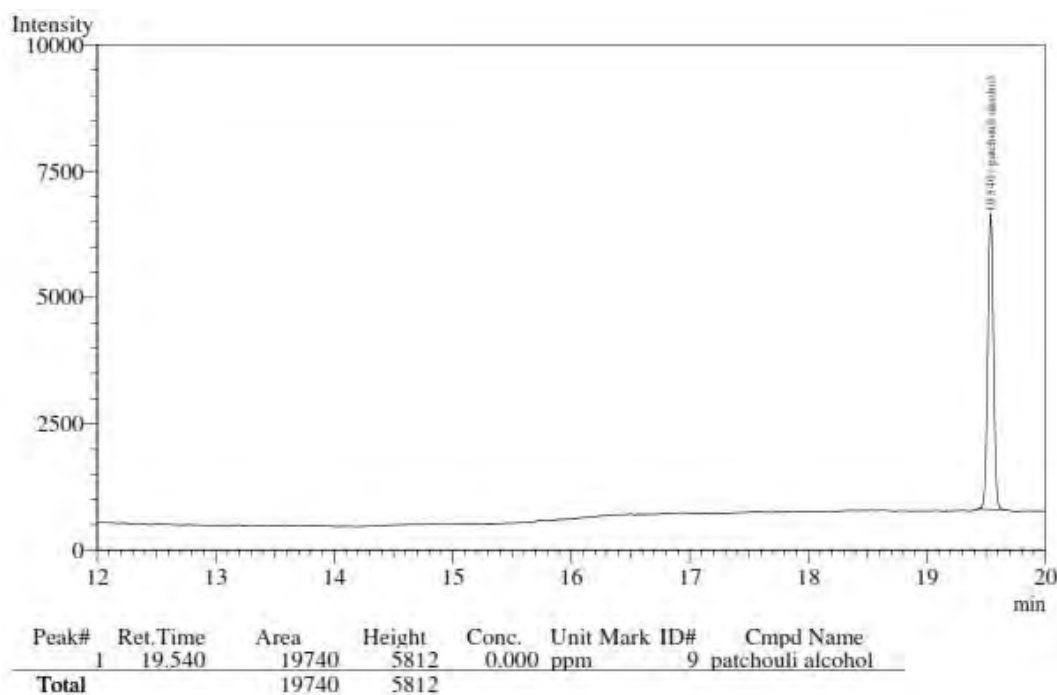


Gambar 4.2 Hubungan antara fraksi suhu dengan kadar PA distilat minyak nilam.

Distilat fraksi I memiliki densitas yang paling rendah dibandingkan dengan fraksi – fraksi lainnya. Hal tersebut dapat dikonfirmasi melalui hasil kromatogram distilat fraksi I (gambar 4.4), dimana didominasi oleh beberapa senyawa organik terpen seperti : *β -Patchoulene*, *Caryophyllene*, *α -Guaiene*, *Seychellene*, *α -Patchoulene*, *δ -Guaiene* dan *Selinene* yang memiliki berat molekul atau titik didih yang rendah. Sedangkan pada distilat fraksi IV memiliki densitas

tertinggi yang dikarenakan didominasi oleh senyawa organik bermolekul besar dan bertitik didih tinggi (*patchouli alcohol*) seperti pada kromatogram gambar 4.5.

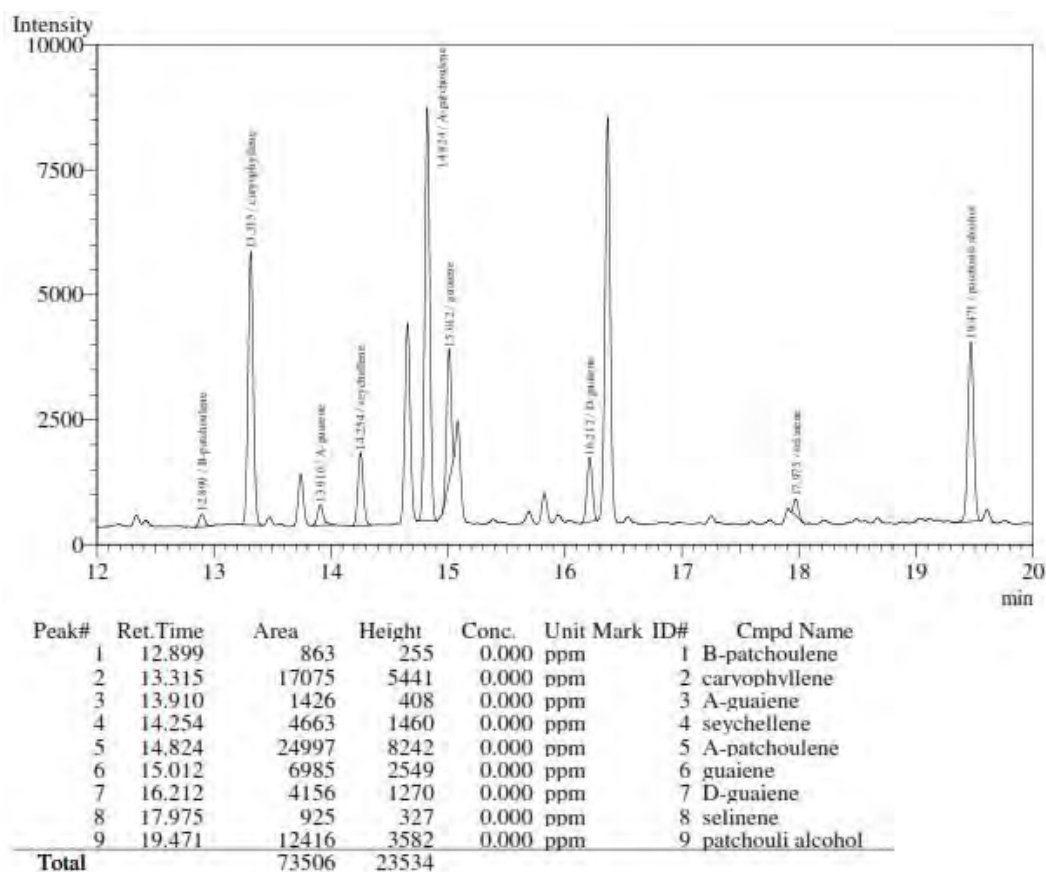
Pada gambar 4.2 menunjukkan perubahan kadar *patchouli alcohol* distilat minyak nilam dari tiap – tiap fraksi distilat. Dengan kenaikan suhu fraksi maka kadar *patchouli alcohol* akan mengalami peningkatan. Hal tersebut dikarenakan titik didih *patchouli alcohol* yang tinggi sehingga pada fraksi suhu tinggi kadar *patchouli alcohol* akan meningkat. Selain itu, dari gambar 4.2 menunjukkan bahwa distilasi fraksinasi vakum dapat meningkatkan kadar *patchouli alcohol* dalam minyak nilam, contohnya dalam fraksi III dan fraksi IV, masing – masing peningkatan kadar *patchouli alcohol* sebesar 27,44 % dan 55,23 % dari kadar *patchouli alcohol* minyak nilam awal.



Gambar 4.3 Hasil kromatogram larutan standar *patchouli alcohol*.

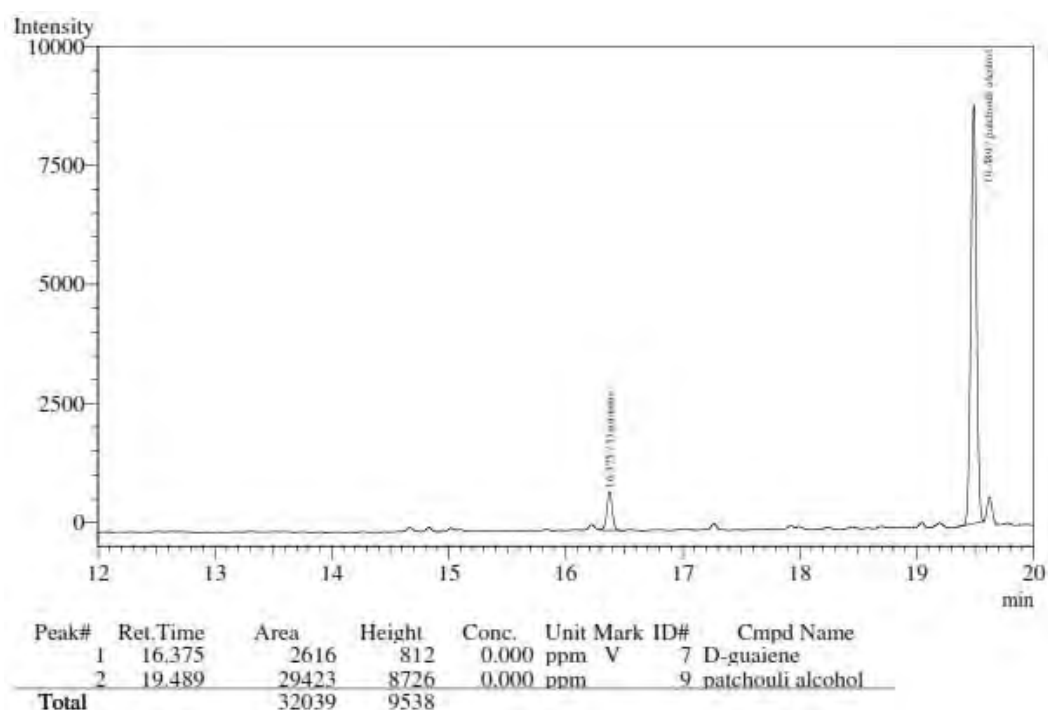
Fraksi I distilat memiliki kadar *patchouli alcohol* yang paling rendah dibandingkan dengan fraksi lain, yaitu 13,41 %. Hasil kromatogram fraksi I pada gambar 4.4 menunjukkan bahwa fraksi ini didominasi banyak senyawa organik yang memiliki berat molekul kecil. Hal tersebut dibuktikan dengan nilai waktu retensi yang lebih rendah. Beberapa senyawa organik yang teridentifikasi adalah

beta-patchoulene, *caryophyllene*, *alpha-guaiene*, *seychellene*, *alpha-patchoulene*, *guaiene*, *delta-guaiene* dan *selinene*. Senyawa *patchouli alcohol* sendiri memiliki nilai retensi yang paling besar, yaitu 19,471 menit. Nilai waktu retensi tersebut sudah mendekati nilai waktu retensi pada larutan standar *patchouli alcohol*, yaitu 19,540 menit seperti pada gambar 4.3 .



Gambar 4.4 Hasil kromatogram fraksi I distilat.

Sedangkan fraksi yang memilki kadar *patchouli alcohol* yang paling besar adalah fraksi IV dengan kadar sebesar 52,05 %. Hasil kromatogram fraksi IV pada gambar 4.5 menunjukkan bahwa fraksi ini hanya memilki sedikit puncak dalam kromatogramnya dan didominasi oleh senyawa organik yang memilki berat molekul besar, dan salah satunya adalah senyawa *patchouli alcohol* dengan waktu retensi 19,489 menit.



Gambar 4.5 Hasil kromatogram fraksi IV distilat.

4.2 Kristalisasi *Patchouli Alcohol* dari Distilat Minyak Nilam

Kristalisasi *patchouli alcohol* dari distilat minyak nilam adalah proses pemurnian atau isolasi *patchouli alcohol* dari minyak nilam dengan proses pendinginan. Dengan proses kristalisasi akan diperoleh kristal *patchouli alcohol* dengan kemurnian yang lebih tinggi dan juga mampu yang meningkatkan nilai tambah produk industri minyak nilam. Dari hasil penelitian telah dilakukan oleh Widiyanto dan Nugroho (2010), distilat minyak nilam yang digunakan sebagai bahan baku proses kristalisasi *patchouli alcohol* adalah distilat dengan kadar *patchouli alcohol* lebih dari 50 %. Oleh karena itu, pada proses kristalisasi ini menggunakan bahan baku dari distilat fraksi IV karena memiliki kadar *patchouli alcohol* lebih dari 50 %.

Pada proses kristalisasi *patchouli alcohol* ini, *seed patchouli alcohol* yang ditambahkan akan mengalami pertumbuhan seiring dengan lamanya waktu pendinginan dan penurunan suhu minyak nilam dalam kristalizer. Dengan bertumbuhnya *seed* menjadi kristal *patchouli alcohol*, maka juga akan meningkatkan berat *seed* tersebut menjadi kristal yang utuh. Dalam proses ini, mekanisme pertumbuhan kristal (*crystal growth*) lebih berperan dibandingkan

dengan nukleasi dikarenakan *driving force* supersaturasi hanya “dikonsumsi” oleh *seed* untuk bertumbuh menjadi kristal *patchouli alcohol*. Berikut adalah gambar kristal *patchouli alcohol* yang diperoleh melalui proses *cooling crystallization* :



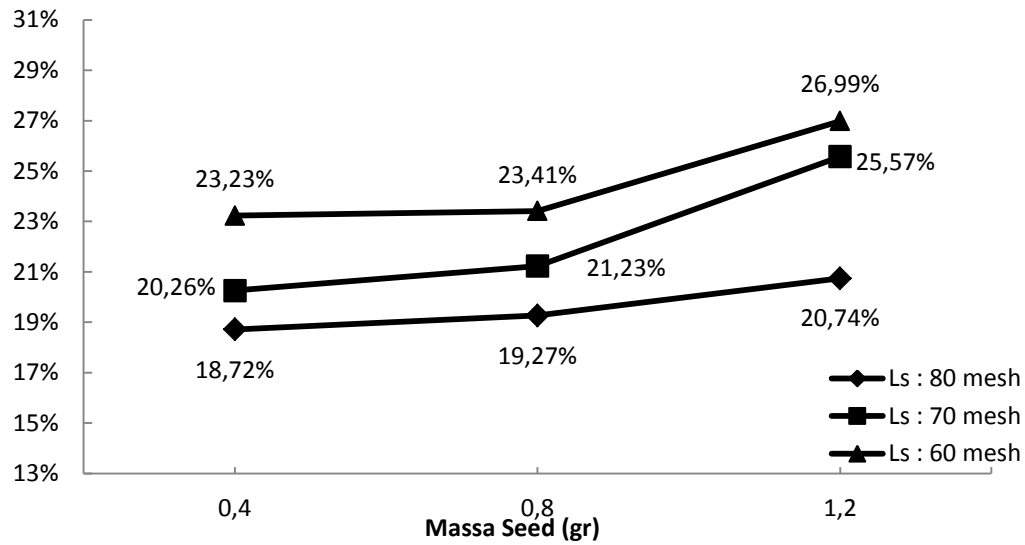
Gambar 4.6 Kristal *patchouli alcohol* hasil proses kristalisasi

4.3 Pengaruh Teknik *Seeding* terhadap Yield Kristal *Patchouli Alcohol*

4.3.1 Pengaruh Massa *Seed* terhadap Yield Kristal *Patchouli Alcohol*

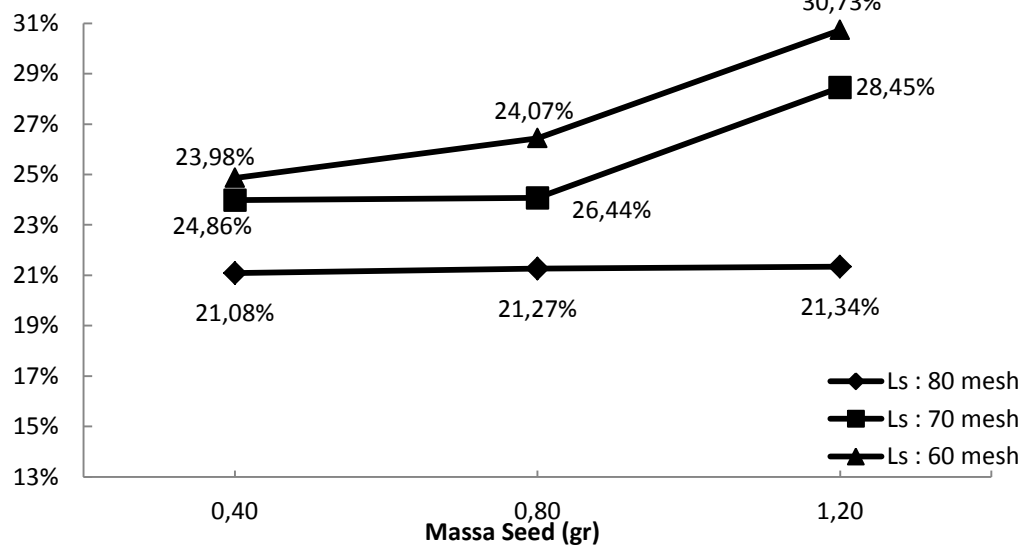
Massa *seed* memiliki pengaruh terhadap produk kristal *patchouli alcohol* yang dihasilkan. Pada saat distilat mengalami proses pendinginan, mulai terjadi proses supersaturasi. Ketika supersaturasi terjadi, *seed* yang ditambahkan akan mengkonsumsi solut yang terdapat dalam larutan (distilat) dan akan tumbuh menjadi kristal yang besar (Frawley dkk, 2012). Pada gambar 4.7, 4.8 dan 4.9 menjelaskan bahwa dengan kenaikan massa *seed* mengakibatkan kenaikan yield kristal yang dihasilkan baik pada variabel suhu *seeding* 10, 20 dan 30 °C dengan masing – masing peningkatan rata – rata 3,75%; 3,53% dan 1,49%. Hal tersebut dapat disebabkan karena semakin meningkat massa *seed* yang diberikan, dengan laju pertumbuhan kristal (*crystal growth*) yang konstan dan dominan maka yield kristal akan semakin meningkat. Dari penelitian yang dilakukan oleh Frawley dkk (2012) tentang kristalisasi parasetamol dalam larutan etanol menunjukkan bahwa dengan kenaikan massa *seed* (*seed loading*) akan mempercepat supersaturasi dikonsumsi oleh *seed*. Peningkatan konsumsi tersebut dapat dibuktikan dengan meningkatnya total luas permukaan *seed* yang ada untuk pertumbuhan kristal. Apabila laju pertumbuhan kristal tetap, maka dapat diasumsikan semakin banyak massa *seed*, yield kristal akan meningkat.

% Yield Kristal

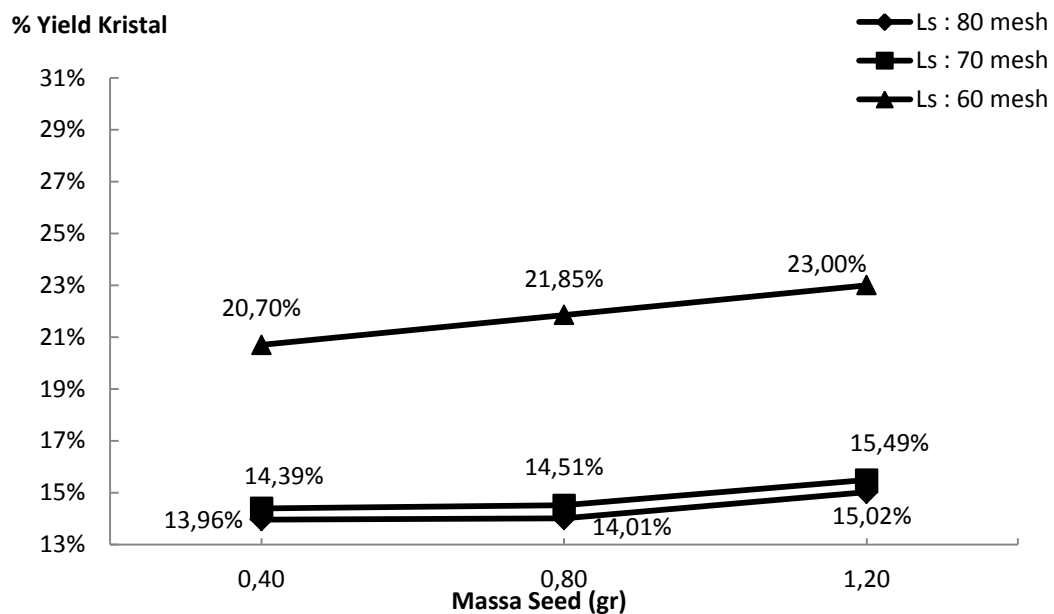


Gambar 4.7 Pengaruh massa *seed* terhadap % yield kristal pada suhu *seeding* 10 °C.

% Yield Kristal



Gambar 4.8 Pengaruh massa *seed* terhadap % yield kristal pada suhu *seeding* 20 °C.



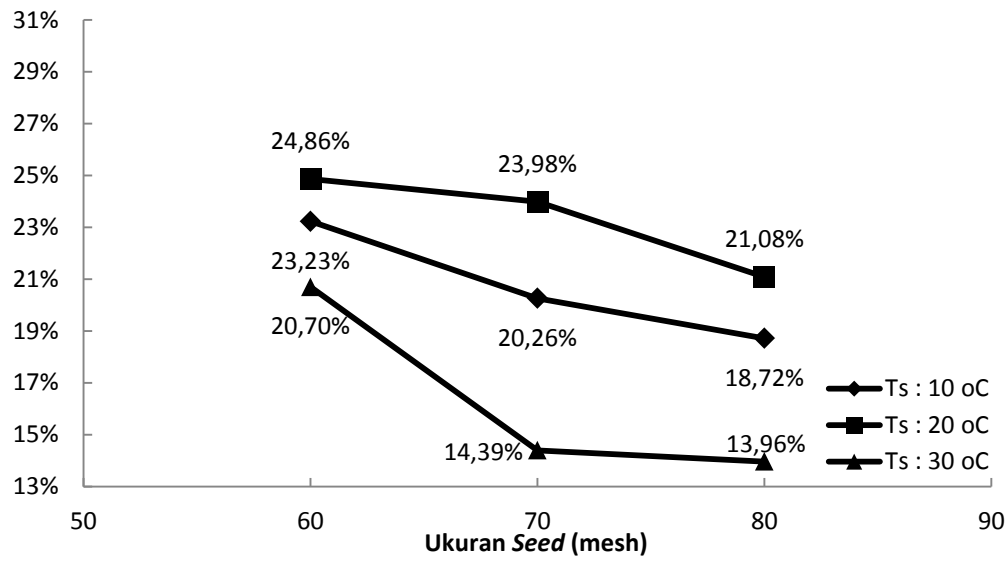
Gambar 4.9 Pengaruh massa *seed* terhadap % yield kristal pada suhu *seeding* 30 °C.

4.3.2 Pengaruh Ukuran *Seed* terhadap Yield Kristal *Patchouli Alcohol*

Ukuran *seed* memiliki pengaruh terhadap produk kristal *patchouli alcohol* yang dihasilkan. Semakin besar ukuran *seed* (dalam μm), maka luas permukaan *seed* per satu partikel akan semakin besar, sehingga akan meningkatkan yield kristal yang dihasilkan (Sander dan Kardum, 2012). Hal tersebut dimungkinkan terjadi karena dengan meningkatnya luas permukaan *seed* maka, transfer massa solut dari distilat menuju permukaan *seed* akan semakin besar sehingga laju pertumbuhan kristal akan meningkat.

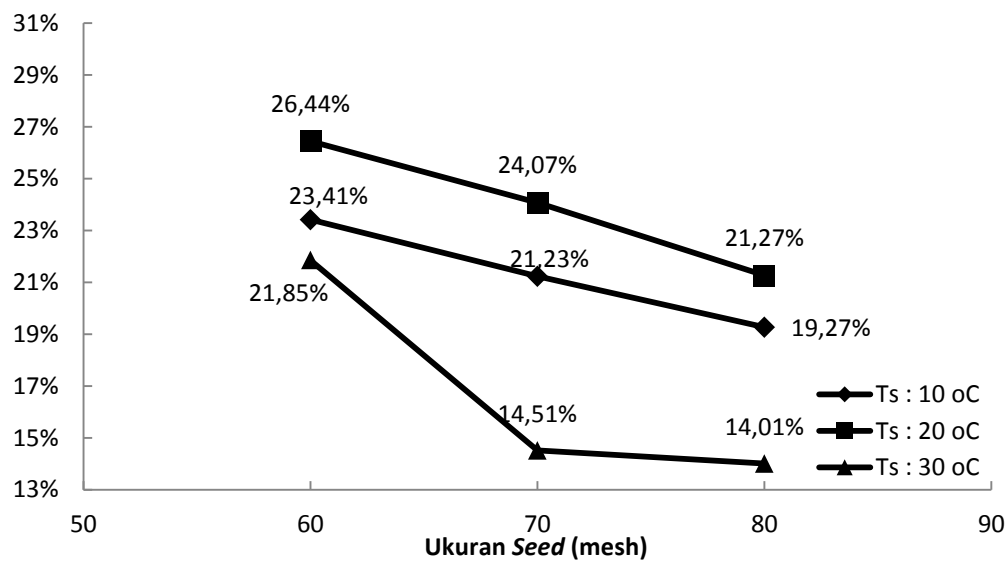
Pada gambar 4.10, 4.11 dan 4.12 menjelaskan bahwa dengan penurunan ukuran *seed* (dalam μm) mengakibatkan penurunan yield kristal yang dihasilkan pada variabel massa *seed* 0,4; 0,8 dan 1,2 gram dengan masing – masing penurunan rata – rata 5,01%; 5,72% dan 7,89%.

% Yield Kristal

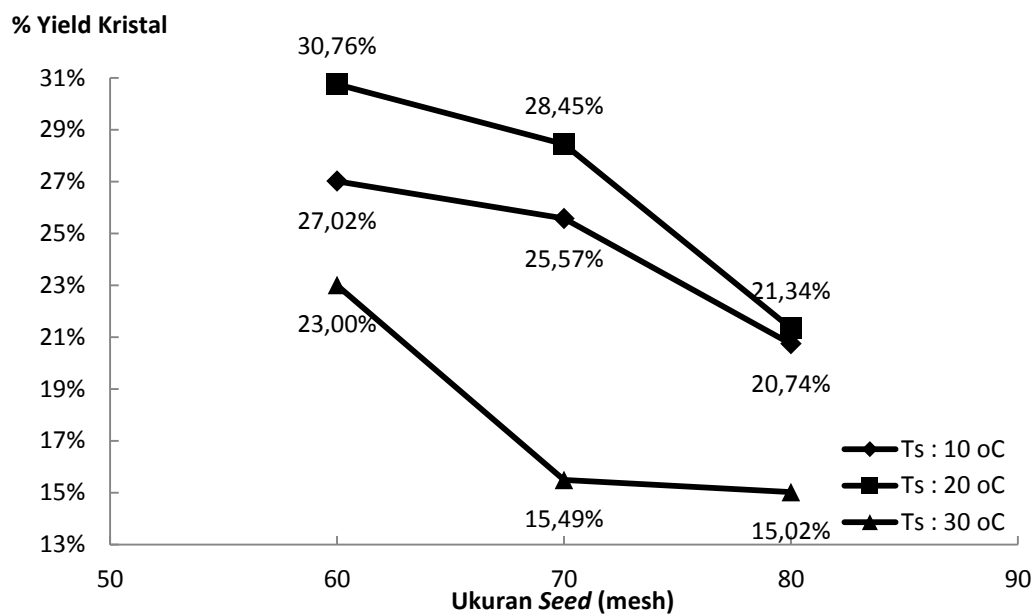


Gambar 4.10 Pengaruh ukuran *seed* terhadap % yield kristal pada massa *seed* 0,4 gram

% Yield Kristal



Gambar 4.11 Pengaruh ukuran *seed* terhadap % yield kristal pada massa *seed* 0,8gram.

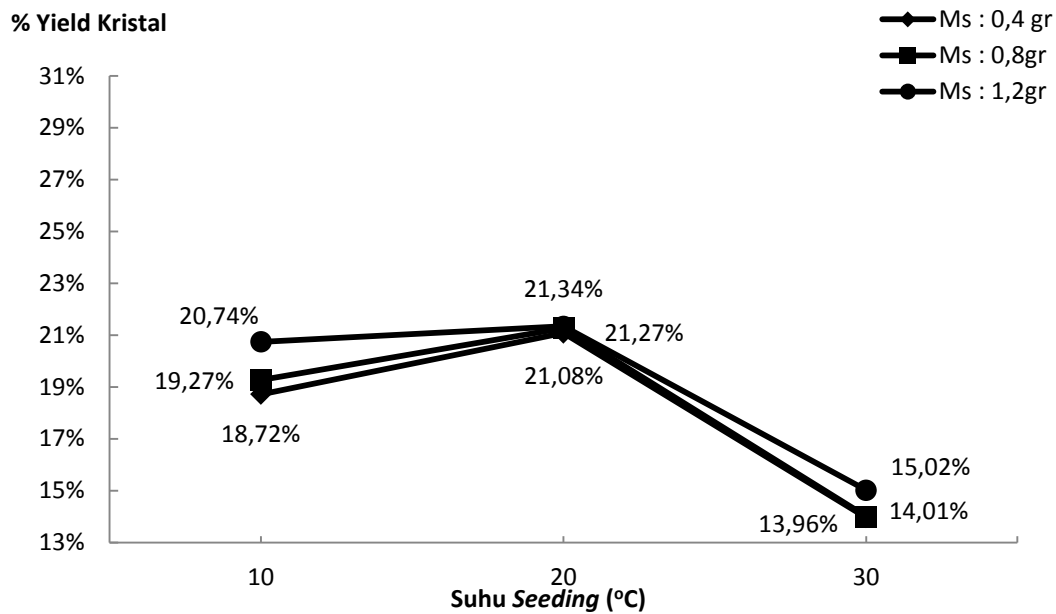


Gambar 4.12 Pengaruh ukuran *seed* terhadap % yield kristal pada massa *seed* 1,2 gram.

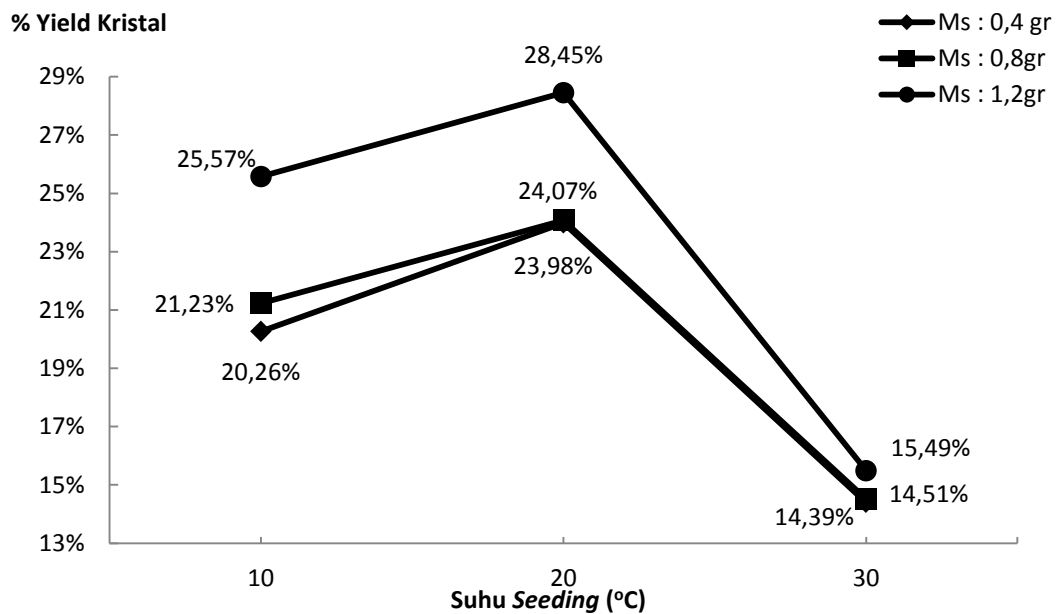
4.3.3 Pengaruh Suhu saat Pemberian *Seed* (Suhu *Seeding*) terhadap Yield Kristal *Patchouli Alcohol*

Suhu *seeding* juga memiliki pengaruh terhadap produk kristal *patchouli alcohol* yang dihasilkan. Semakin tinggi suhu *seeding* dan berada dalam zona metastabil, maka kemungkinan adanya peningkatan yield kristal semakin besar. Pada suhu *seeding* yang rendah, supersaturasi akan semakin meningkat. Laju nukleasi yang terbentuk lebih besar dibandingkan dengan laju pertumbuhan kristal. Akibatnya akan terbentuk kristal – kristal kecil dalam jumlah yang sangat banyak. Sebaliknya, apabila suhu *seeding* pada suhu yang lebih tinggi dan masih berada dalam zona metastabil, laju pertumbuhan kristal menjadi lebih besar dibandingkan dengan laju nukleasi (O’Sullivan dkk, 2012). Dengan laju pertumbuhan kristal yang besar maka akan meningkatkan jumlah massa solut yang menempel pada *seed* kristal sehingga yield kristal dapat meningkat.

Pada gambar 4.13, 4.14 dan 4.15 menjelaskan bahwa dengan kenaikan suhu *seeding* mengakibatkan perubahan yield kristal yang dihasilkan baik pada variabel ukuran *seed* 60, 70 dan 80 mesh dengan masing – masing rentang yield rata – rata sebesar 5,25%; 7,56% dan 2,70%.



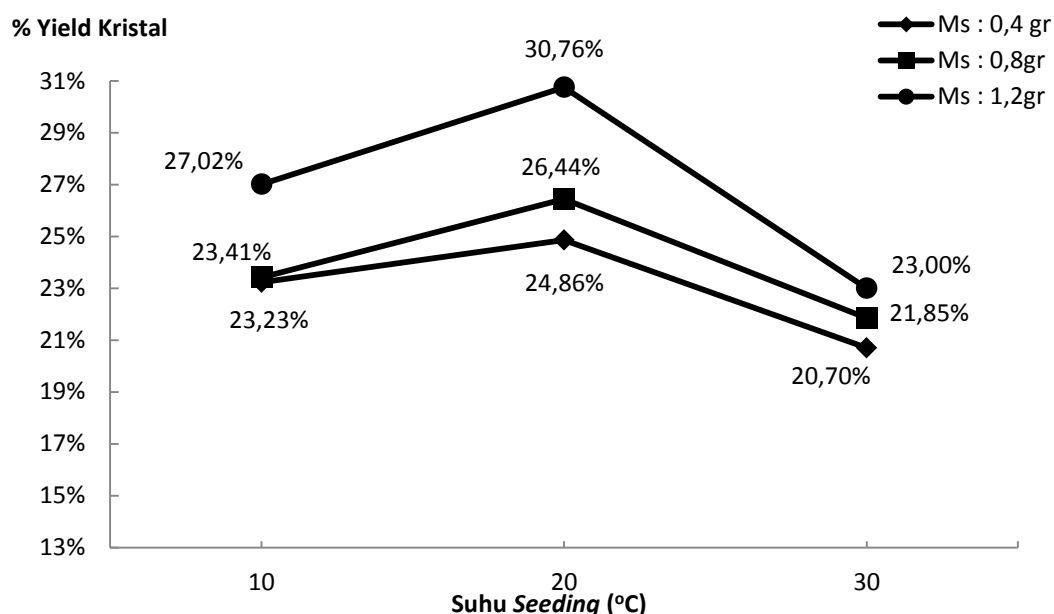
Gambar 4.13 Pengaruh suhu *seeding* terhadap % yield kristal pada ukuran *seed* 80 mesh.



Gambar 4.14 Pengaruh suhu *seeding* terhadap % yield kristal pada ukuran *seed* 70 mesh.

Yield kristal akan mengalami kenaikan terutama pada suhu *seeding* lebih rendah daripada 20 °C dan yield akan mengalami penurunan setelah suhu 20 °C. Kenaikan yield kristal disebabkan karena laju pertumbuhan kristal pada suhu *seeding* 20 °C lebih besar dibandingkan pada suhu *seeding* 10 °C. Penurunan yield

kristal secara signifikan pada suhu *seeding* 30 °C dapat terjadi karena pada suhu tersebut dimungkinkan masih berada pada zona stabil (dibawah batas solubilitas *patchouli alcohol* dalam distilat minyak nilam). Sehingga *seed* kristal yang ditambahkan akan terlarut kembali dalam distilat dan menurunkan yield kristal yang diperoleh.



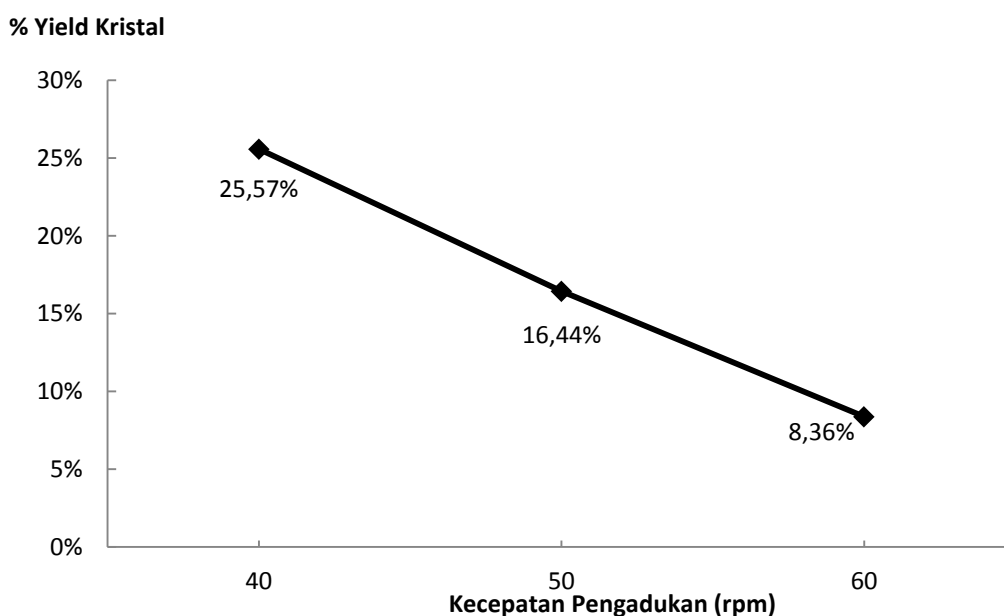
Gambar 4.15 Pengaruh suhu *seeding* terhadap % yield kristal pada ukuran *seed* 60 mesh.

4.4 Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Yield Kristal *Patchouli Alcohol*

Kecepatan pengadukan memiliki pengaruh terhadap produk kristal *patchouli alcohol* yang dihasilkan. Semakin besar kecepatan pengadukan, maka yield kristal yang dihasilkan akan mengalami peningkatan. Peningkatan kecepatan pengadukan dapat menghasilkan level supersaturasi yang semakin besar. Sehingga laju nukleasi pun akan semakin meningkat dan dengan terbentuknya inti – inti kristal baru, luas permukaan kristal sebagai tempat akumulasi solut pun akan semakin meningkat (Frawley dkk, 2012). Selain itu, kecepatan pengadukan yang semakin meningkat akan memperbesar transfer massa dari pertumbuhan kristal (Tung dkk, 2009). Dengan pertumbuhan kristal

yang meningkat, maka dimungkinkan akan meningkatkan yield kristal yang diperoleh.

Pada gambar 4.16 menjelaskan bahwa dengan kenaikan kecepatan pengadukan mengakibatkan terjadi penurunan yield kristal yang dihasilkan sebesar 17,21%. Hal ini dapat terjadi karena *seed* maupun kristal yang telah terbentuk akan mengalami proses disolusi yang diakibatkan oleh adanya pengadukan.



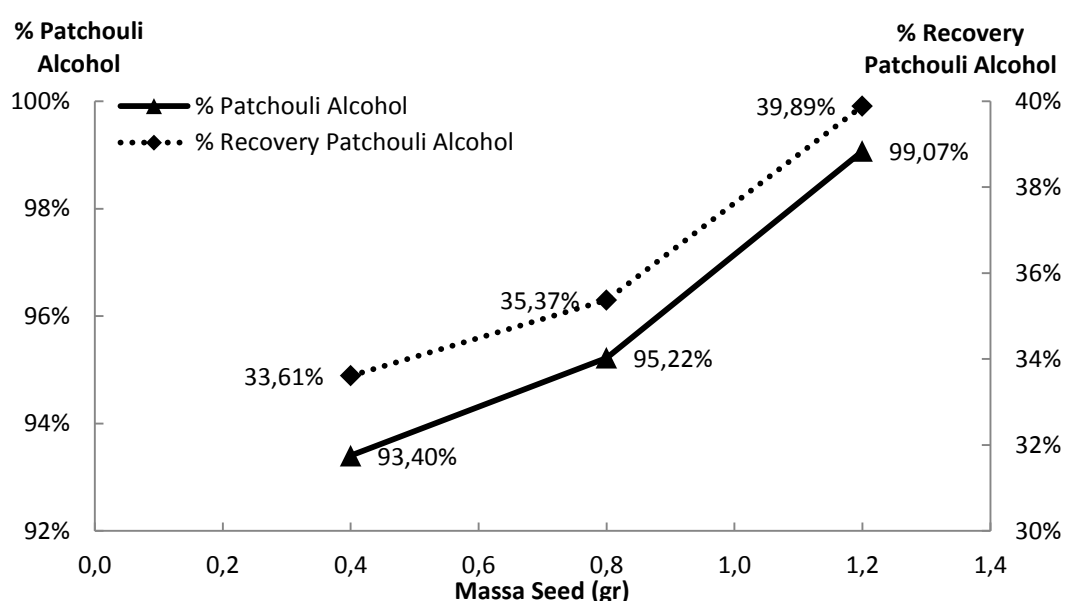
Gambar 4.16 Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap % yield kristal pada kondisi : massa *seed* 1,2 gram; ukuran 70 mesh dan suhu *seeding* 10 °C.

4.5 Pengaruh Teknik *Seeding* terhadap Kemurnian Kristal dan *Recovery Patchouli Alcohol*

Teknik *seeding* terutama massa *seed* memiliki pengaruh terhadap kemurnian produk kristal (Warstat dan Ulrich, 2006) dan kemampuan perolehan kembali (*recovery*) *patchouli alcohol* (PA) dari bahan baku sebelumnya. Peningkatan massa *seed* yang ditambahkan mampu meningkatkan kemurnian produk kristal. Hal tersebut dapat disebabkan oleh proses pertumbuhan kristal, dimana *seed* kristal PA dibantu dengan supersaturasi menjadi tempat akumulasi solut dan membentuk kristal yang utuh.

Pada gambar 4.17 menjelaskan bahwa dengan kenaikan massa *seed* yang ditambahkan maka akan meningkatkan kemurnian kristal PA yang diperoleh

sebesar 6,30%. Peningkatan kemurnian ini diakibatkan oleh integrasi solut PA yang cukup efektif dari distilat minyak nilam ke permukaan *seed* PA dan kemurnian *seed* PA yang mencapai kadar 92,09%. Peningkatan kemurnian kristal PA juga dipengaruhi oleh agglomerasi kristal, semakin sedikit kristal yang teragglomerasi maka kemurnian kristal akan semakin meningkat, agglomerasi kristal dapat diakibatkan oleh inklusi *mother liquor* dalam produk (Warstat dan Ulrich, 2006).



Gambar 4.17 Pengaruh massa *seed* terhadap % PA dan % *Recovery* PA pada kondisi : ukuran *seed* 80 mesh, suhu *seeding* 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm

Semakin meningkat kemurnian kristal maka akan semakin meningkat pula perolehan kembali (*recovery*) PA dalam produk kristal. Dari gambar 4.17 dapat menjelaskan bahwa dengan bertambahnya massa *seed*, maka akan meningkatkan % *recovery* PA dengan kenaikan sebesar 6,28%.

Proses distilasi fraksinasi vakum minyak nilam dan kristalisasi distilat minyak nilam dengan bantuan teknik *seeding*, mampu meningkatkan nilai tambah produk minyak nilam. Dari tabel 4.2 dan 4.3 dijelaskan adanya peningkatan nilai tambah dari minyak nilam dengan kadar PA 33,53% hingga diperoleh produk kristal dengan kadar PA rata – rata sebesar 95,90%.

Tabel 4.2 Hasil Resume Distilasi Fraksinasi – Kristalisasi *Patchouli Alcohol* (1)

Minyak Nilam			Distilat Minyak Nilam			
Massa (gr)	% PA	Fraksi Distilat	Massa (gr)	% Yield	% PA	% Recovery PA
7.631,71	33,53	I	2.191,87	28,72%	13,41	11,49
		II	1.730,00	22,67%	30,98	20,94
		III	1.661,18	21,77%	42,73	27,74
		IV	1.557,32	20,41%	52,05	31,68

Tabel 4.3 Hasil Resume Distilasi Fraksinasi – Kristalisasi *Patchouli Alcohol* (2)

Distilat Minyak Nilam				Kristal <i>Patchouli Alcohol</i>				
Fraksi Distilat	Massa (gr)	% PA	Variabel	Massa Distilat IV (gr)	Massa (gr)	% Yield	% PA	% <i>Rec.</i> PA ^{†)}
IV	1.557,32	52,05	K-1 ^{*)}	40,0332	7,8967	18,72%	93,40	33,61
			K-2 ^{#)}	40,0167	8,5147	19,27%	95,22	35,37
			K-3 ⁺⁾	40,0480	9,5096	20,74%	99,07	39,89
			Rata - rata					

^{*)} Variabel K1 : massa *seed* 0,4040 gr; ukuran *seed* 80 mesh dan suhu *seeding* 10°C.

^{#)} Variabel K2 : massa *seed* 0,8041 gr; ukuran *seed* 80 mesh dan suhu *seeding* 10°C.

⁺⁾ Variabel K3 : massa *seed* 1,2020 gr; ukuran *seed* 80 mesh dan suhu *seeding* 10°C.

^{†)} % *Recovery patchouli alcohol* kristal

Proses peningkatan nilai tambah produk minyak nilam dengan metode distilasi fraksinasi dan kristalisasi telah banyak digunakan sebagai metode yang efektif karena dapat memproduksi kristal *patchouli alcohol* dengan yield kristal serta kemurnian yang tinggi. Berikut adalah perbandingan hasil beberapa penelitian isolasi *patchouli alcohol* seperti pada tabel 4.4.

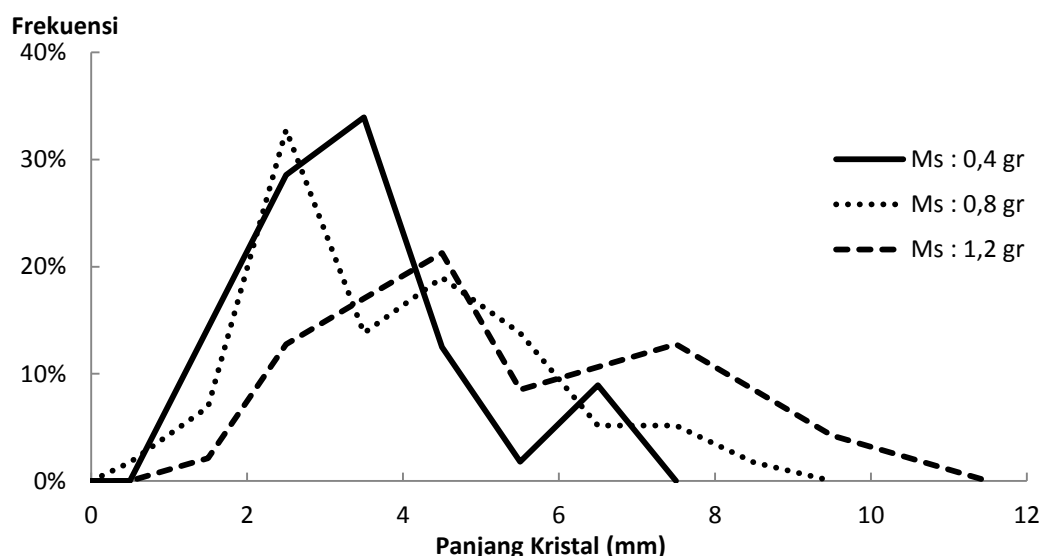
Tabel 4.4 Perbandingan Hasil dari Beberapa Peneliti

Peneliti	Yield Kristal	Kadar PA	Metode	Parameter
Bangkit Gotama, 2015	8,36 - 30,76%	93,40 – 99,07%	Distilasi Fraksinasi dan Kristalisasi	Massa <i>seed</i> (0,4 - 0,8 gram) Ukuran <i>seed</i> (60 - 80 mesh) Suhu <i>seeding</i> (10 - 30 °C) Kecepatan Pengadukan (40 - 60 rpm)
Su dkk, 2014	39,7 - 68,1%	99,0%	Distilasi Fraksinasi dan Kristalisasi	-
Widiyanto dan Nugroho, 2010	58,8 - 84,3%	98,52%	Distilasi Fraksinasi dan Kristalisasi	Volume Pelarut (1,0 - 2,5 ml) Kecepatan Pengadukan (40 - 190 rpm)

4.6 Pengaruh Teknik *Seeding* terhadap Distribusi Ukuran, Ukuran dan Bentuk Kristal *Patchouli Alcohol*

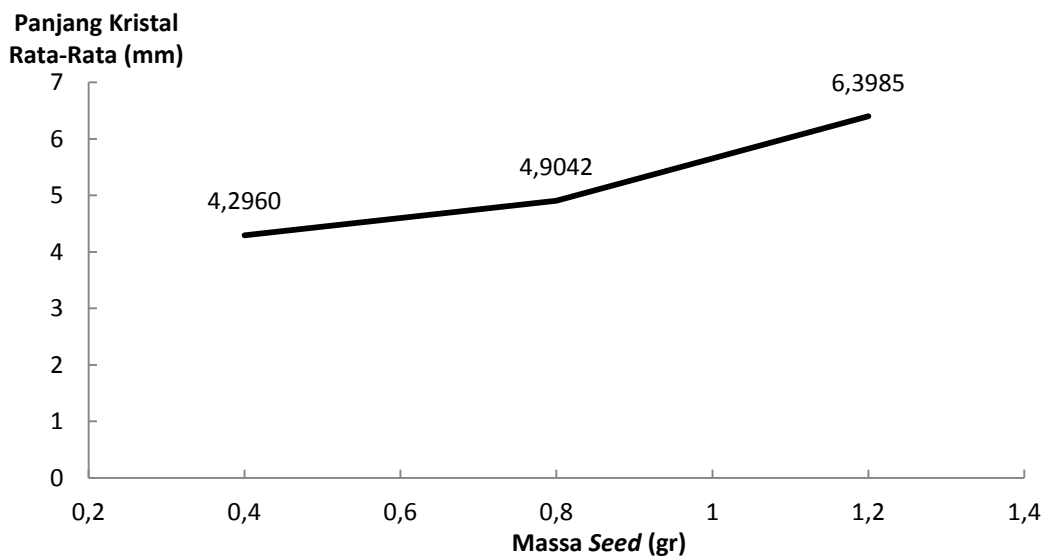
4.6.1 Pengaruh Massa *Seed* terhadap Distribusi Ukuran, Ukuran Rata – Rata dan Bentuk Kristal *Patchouli Alcohol*

Massa *seed* memiliki pengaruh terhadap distribusi ukuran kristal. Dengan meningkatkan massa *seed* (*seed loading*) maka akan menurunkan level supersaturasi pada *natural cooling* sehingga dapat menghasilkan distribusi ukuran kristal yang *uni-modal* (hanya satu puncak distribusi) (Hojjati dan Rohani, 2005). Dari gambar 4.18 dapat dijelaskan bahwa distribusi ukuran (panjang) kristal *patchouli alcohol* pada berbagai massa *seed* berbentuk *bi-modal* dan *multi-modal*. Dengan kenaikan massa *seed*, distribusi panjang kristal menjadi bervariasi. Hal ini dikarenakan pada proses kristalisasi yang disertai pengadukan terjadi proses *secondary nucleation* dan kristal berukuran besar yang patah sehingga mengakibatkan adanya variasi panjang kristal.



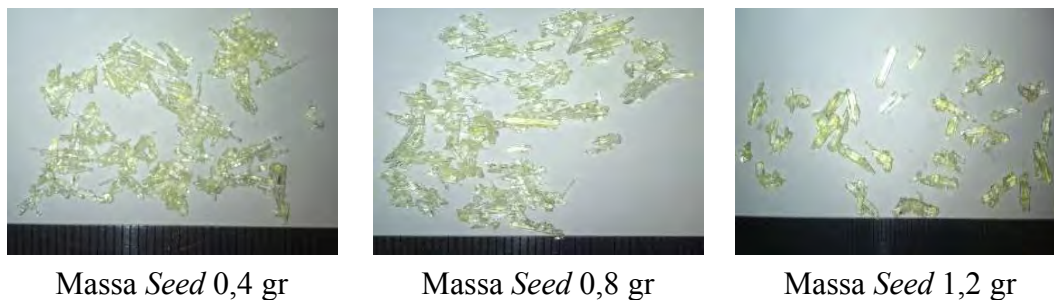
Gambar 4.18 Pengaruh massa *seed* terhadap distribusi ukuran kristal PA pada kondisi : ukuran *seed* 80 mesh, suhu *seeding* 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm

Selain itu, ukuran (panjang) kristal rata – rata mengalami peningkatan seiring dengan kenaikan massa *seed* yang ditambahkan. Hal ini dapat dijelaskan pada gambar 4.19. Kenaikan panjang rata – rata kristal disebabkan karena adanya agglomerasi kristal atau *seed* dan pertumbuhan kristal yang optimum sehingga ukuran (panjang) kristal rata – rata semakin meningkat.



Gambar 4.19 Pengaruh massa *seed* terhadap ukuran kristal PA rata – rata pada kondisi : ukuran *seed* 80 mesh, suhu *seeding* 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm

Bentuk kristal *patchouli alcohol* yang dihasilkan cenderung berbentuk jarum (*needle*) dan balok. Dengan kenaikan massa *seed*, maka kristal berbentuk *needle* akan semakin membesar hingga berbentuk balok dengan arah pertumbuhannya kearah horisontal, seperti pada gambar 4.20.

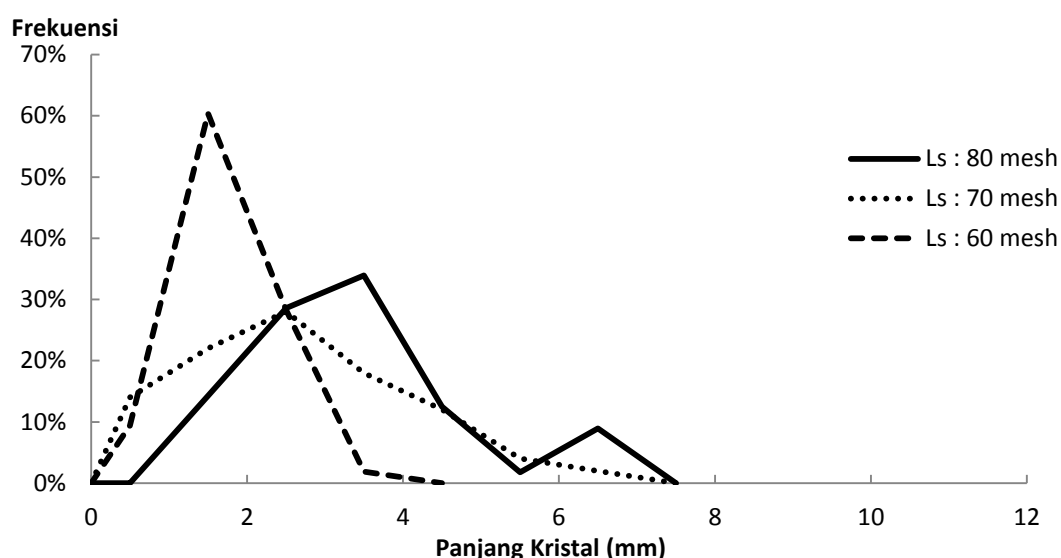


Gambar 4.20 Pengaruh massa *seed* terhadap bentuk kristal PA pada kondisi : ukuran *seed* 80 mesh, suhu *seeding* 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm

4.6.2 Pengaruh Ukuran *Seed* terhadap Distribusi Ukuran, Ukuran Rata – Rata dan Bentuk Kristal *Patchouli Alcohol*

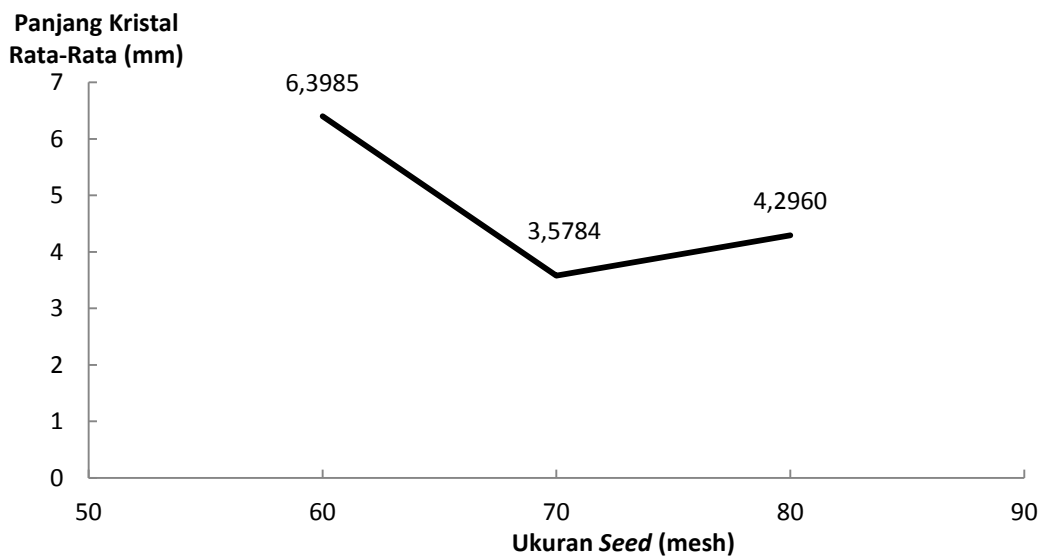
Ukuran *seed* memiliki pengaruh terhadap distribusi ukuran kristal. *Seed* kristal berukuran besar akan menghasilkan distribusi ukuran kristal yang *uni-modal* pada *seed loading* (massa *seed*) yang tinggi, selain itu juga akan

menghasilkan ukuran rata – rata kristal yang besar. Sebaliknya, pada ukuran *seed* yang lebih kecil, distribusi ukuran *uni-modal* akan lebih mudah pada *seed loading* (massa *seed*) yang rendah (Hojjati dan Rohani, 2005). Pada gambar 4.21, dapat menjelaskan bahwa dengan semakin besar ukuran *seed* (dalam μm), maka distribusi ukuran kristal akan menjadi uni-modal. Hal ini dikarenakan pada ukuran *seed* yang lebih rendah, pertumbuhan kristal hanya satu dimensi dengan membentuk kristal jarum (*needle*) yang cenderung akan mengalami patahan dan ukuran kristal menjadi tidak seragam.



Gambar 4.21 Pengaruh ukuran *seed* terhadap distribusi ukuran kristal PA pada kondisi : massa *seed* 0,4 gram; suhu *seeding* 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm

Selain itu, ukuran (panjang) kristal rata – rata cenderung mengalami penurunan seiring dengan semakin besar ukuran *seed* yang ditambahkan. Hal ini dapat dijelaskan pada gambar 4.22. Seperti pada distribusi ukuran kristal, *seed* berukuran lebih kecil memiliki satu arah dimensi pertumbuhan sehingga memiliki panjang yang besar sedangkan pada *seed* berukuran lebih besar memiliki tiga arah dimensi pertumbuhan sehingga memiliki panjang kristal yang lebih pendek (Tung dkk, 2009).



Gambar 4.22 Pengaruh ukuran *seed* terhadap ukuran kristal PA rata – rata pada kondisi : massa *seed* 0,4 gram; suhu *seeding* 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm

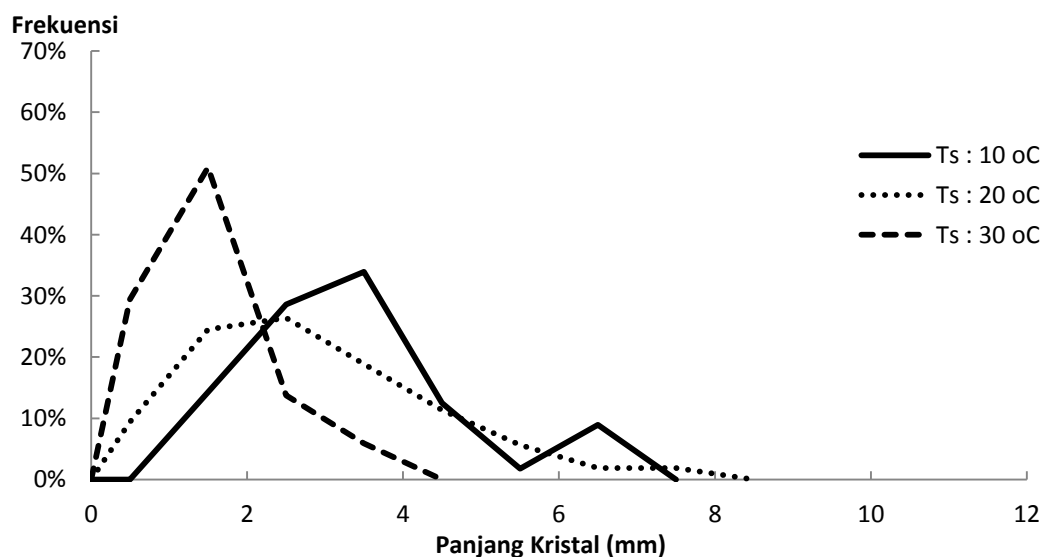
Bentuk kristal *patchouli alcohol* yang dihasilkan cenderung berbentuk jarum (*needle*), balok dan sedikit berbentuk tak beraturan (*irregular*). *Seed* berukuran 80 mesh cenderung berbentuk *needle*, pada 70 mesh cenderung berbentuk balok walaupun ada beberapa patahan kristal sehingga berbentuk *irregular* dan pada *seed* berukuran 80 mesh didominasi bentuk *irregular*. Dengan kenaikan ukuran *seed*, maka kristal berbentuk *needle* akan semakin membesar hingga berbentuk balok dengan arah pertumbuhannya kearah horisontal, seperti pada gambar 4.23.



Gambar 4.23 Pengaruh ukuran *seed* terhadap bentuk kristal PA pada kondisi : massa *seed* 0,4 gram; suhu *seeding* 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm

4.6.3 Pengaruh Suhu *Seeding* terhadap Distribusi Ukuran, Ukuran Rata – Rata dan Bentuk Kristal *Patchouli Alcohol*

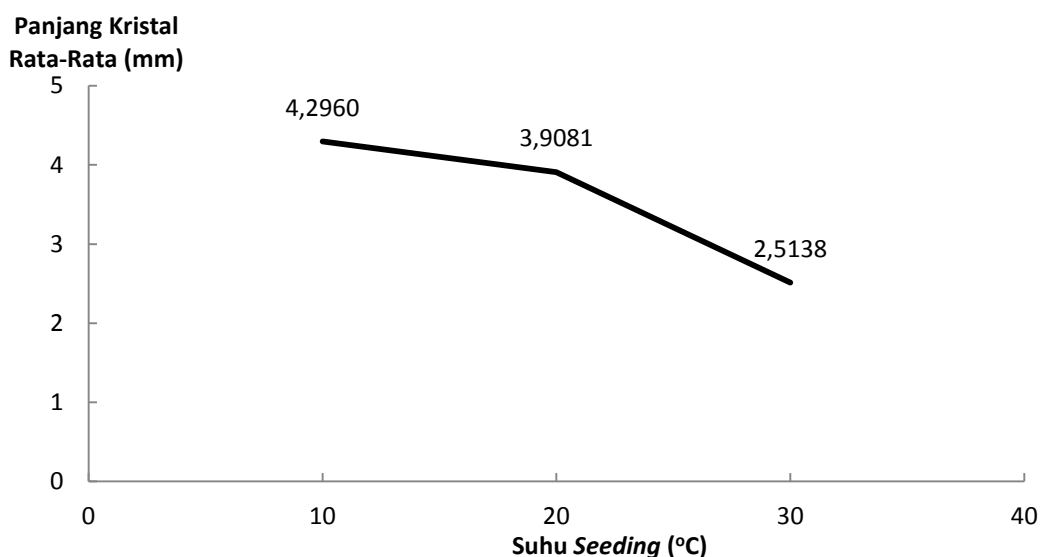
Suhu *seeding* memiliki pengaruh terhadap distribusi ukuran kristal. Pada suhu *seeding* yang mendekati zona metastabil, level supersaturasi akan semakin meningkat sehingga dapat memproduksi kristal berukuran kecil (*fine particles*) dan pada akhirnya distribusi ukuran kristal menjadi tidak *uni-modal*. Sebaliknya, pada suhu *seeding* yang mendekati solubilitas dapat memproduksi distribusi ukuran kristal *uni-modal* (O’Sullivan dkk, 2012). Pada gambar 4.24, dapat menjelaskan bahwa dengan semakin besar suhu *seeding*, maka distribusi ukuran kristal akan menjadi *uni-modal*. Hal ini dikarenakan pada suhu *seeding* yang lebih tinggi, maka level supersaturasi tidak terlalu besar sehingga dapat menghindari terbentuknya kristal – kristal baru akibat proses nukleasi sekunder yang mana akan mempengaruhi terhadap distribusi ukuran kristal PA.



Gambar 4.24 Pengaruh suhu *seeding* terhadap distribusi ukuran kristal PA pada kondisi : massa *seed* 0,4 gram; ukuran *seed* 80 mesh dan kecepatan pengadukan 40 rpm

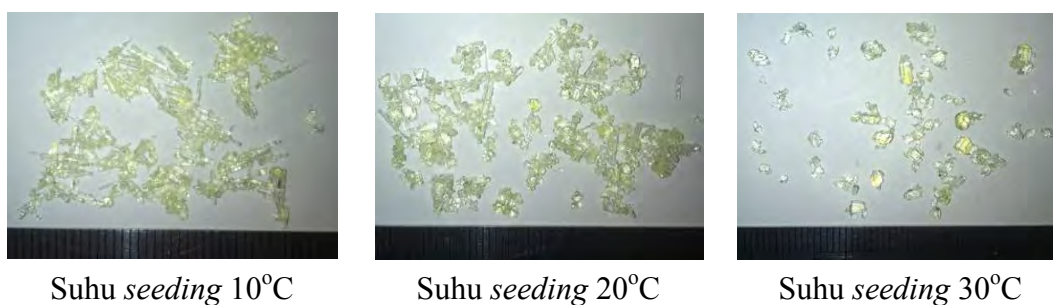
Selain itu, ukuran (panjang) kristal rata – rata cenderung mengalami penurunan seiring dengan semakin besar suhu *seeding* yang digunakan seperti pada gambar 4.25. Pada suhu *seeding* yang mendekati batas solubilitasnya, level supersaturasi akan mengalami penurunan sehingga “jumlah” supersaturasi yang dapat “dikonsumsi” oleh pertumbuhan kristal tidak terlalu besar dan akhirnya

ukuran kristal tidak terlalu besar serta ukuran rata – rata akan mengalami penurunan seiring dengan peningkatan suhu *seeding*.



Gambar 4.25 Pengaruh suhu *seeding* terhadap ukuran kristal PA rata – rata pada kondisi : massa *seed* 0,4 gram; ukuran *seed* 80 mesh dan kecepatan pengadukan 40 rpm

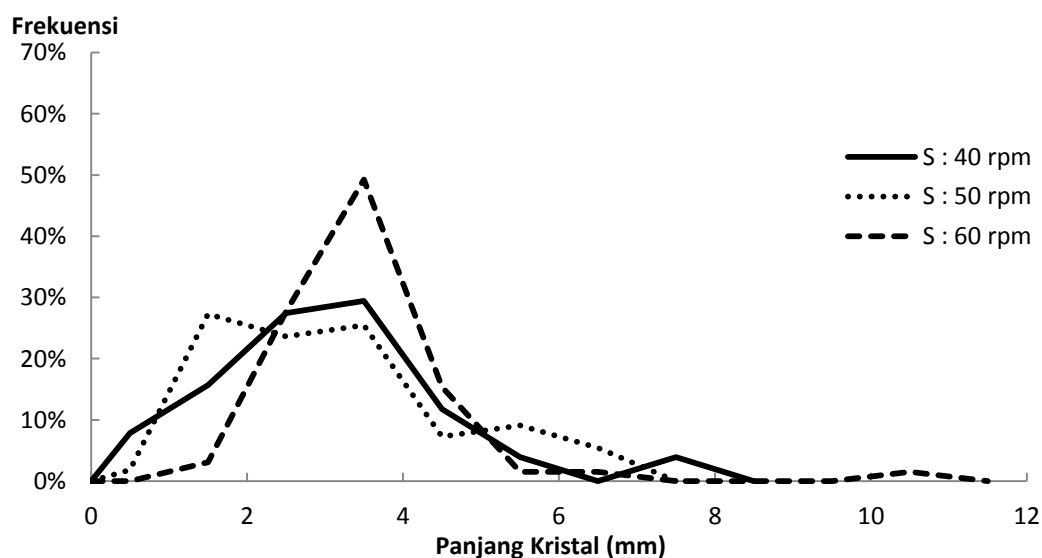
Bentuk kristal *patchouli alcohol* yang dihasilkan cenderung berbentuk jarum (*needle*), balok dan banyak berbentuk tak beraturan (*irregular*) seperti pada gambar 4.26. Suhu *seeding* 10 °C cenderung berbentuk jarum (*needle*), sedangkan pada suhu *seeding* 20 °C kristal berbentuk balok dan beberapa patahan kristal berbentuk *irregular* serta pada suhu *seeding* 30 °C didominasi bentuk *irregular*.



Gambar 4.26 Pengaruh ukuran *seed* terhadap bentuk kristal PA pada kondisi : massa *seed* 0,4 gram; suhu *seeding* 10 °C dan kecepatan pengadukan 40 rpm

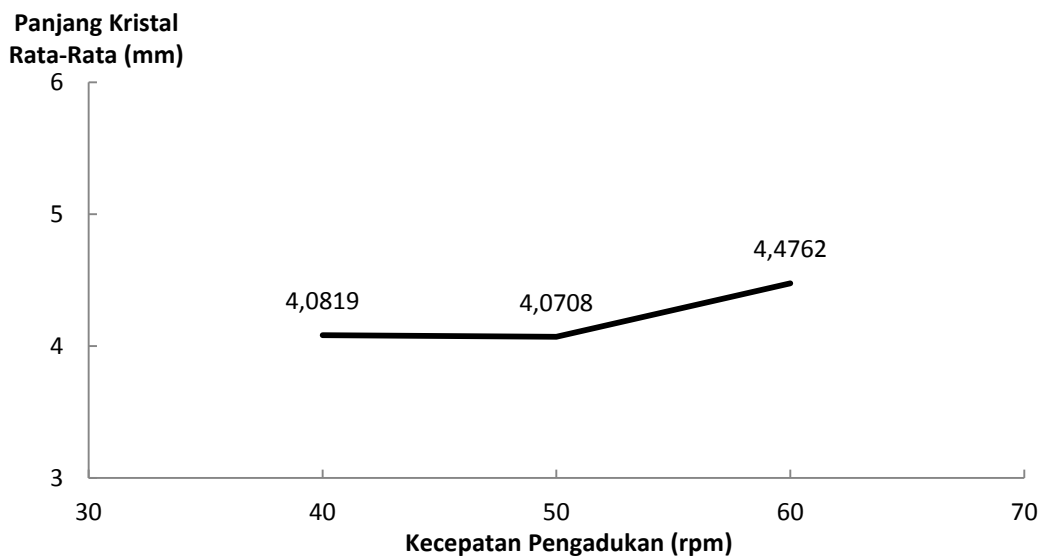
4.7 Pengaruh Kecepatan Pengadukan terhadap Distribusi Ukuran, Ukuran dan Bentuk Kristal *Patchouli Alcohol*

Kecepatan pengadukan juga berpengaruh terhadap distribusi ukuran kristal. Dengan adanya peningkatan kecepatan pengadukan, maka distribusi ukuran kristal akan bergeser pada fraksi ukuran yang lebih besar. Hal tersebut disebabkan karena kondisi hidrodinamika larutan dalam kristalizer dapat mendukung proses transfer massa solut sehingga mampu meningkatkan pertumbuhan kristal (Akrap dkk, 2010 dan Kardum dkk, 2005). Dari gambar 4.27 dapat dilihat bahwa dengan semakin meningkat kecepatan pengadukan akan menghasilkan distribusi ukuran kristal yang *uni-modal*. Selain itu, terjadi pergeseran puncak distribusi ukuran ke arah fraksi kristal berukuran besar.



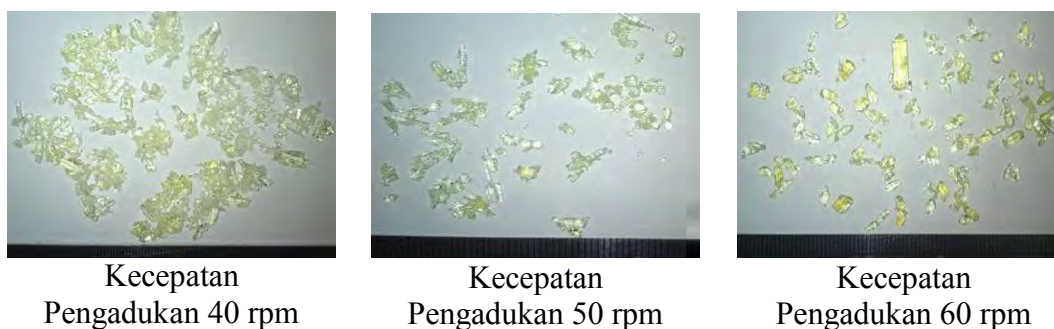
Gambar 4.27 Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap distribusi ukuran kristal PA pada kondisi : massa *seed* 1,2 gram; ukuran *seed* 70 mesh dan suhu *seeding* 10°C.

Selain itu, ukuran (panjang) kristal rata – rata cenderung mengalami peningkatan seiring dengan semakin besar kecepatan pengadukan seperti pada gambar 4.28. Kenaikan ukuran rata – rata kristal dipengaruhi oleh distribusi ukuran kristal yang mengarah ke fraksi kristal berukuran besar akibat adanya pertumbuhan kristal.



Gambar 4.28 Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap ukuran kristal PA rata – rata pada kondisi : massa *seed* 1,2 gram; ukuran *seed* 70 mesh dan suhu *seeding* 10°C.

Bentuk kristal *patchouli alcohol* yang dihasilkan cenderung berbentuk jarum balok dan banyak berbentuk tak beraturan (*irregular*) seperti pada gambar 4.29. Pada kecepatan pengadukan 40 rpm, kristal cenderung berbentuk balok dan ada sedikit bentuk *irregular* akibat patahan kristal, pada 50 rpm kristal masih didominasi bentuk balok tapi masih ada beberapa bentuk *irregular* sedangkan pada kecepatan 60 rpm bentuk kristal didominasi oleh bentuk *irregular*.



Gambar 4.29 Pengaruh kecepatan pengadukan terhadap bentuk kristal PA pada kondisi : massa *seed* 1,2 gram; ukuran *seed* 70 mesh dan suhu *seeding* 10°C.

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang diperoleh dari hasil penelitian ini adalah :

1. Kristal *patchouli alcohol* dengan kemurnian rata – rata 95,90% dapat diperoleh dari proses distilasi fraksinasi vakum minyak nilam dan kristalisasi distilat fraksi IV minyak nilam dengan metode *cooling crystallization*.
2. Peningkatan massa *seed* mempengaruhi kenaikan yield kristal *patchouli alcohol*, dengan nilai rata – rata sebesar 1,49% - 3,75%.
3. Peningkatan ukuran *seed* mempengaruhi penurunan yield kristal *patchouli alcohol* secara signifikan, dengan nilai rata – rata sebesar 5,01% - 7,89%.
4. Peningkatan suhu *seeding* mempengaruhi yield kristal *patchouli alcohol*, dengan rentang nilai rata – rata sebesar 2,70% - 7,56%.
5. Peningkatan kecepatan pengadukan mempengaruhi penurunan yield kristal *patchouli alcohol* sebesar 17,21%.
6. Peningkatan massa *seed* mempengaruhi kenaikan kemurnian kristal *patchouli alcohol* dengan peningkatan sebesar 6,30% dan kenaikan *recovery patchouli alcohol* sebesar 6,28%.
7. Peningkatan massa *seed* akan menghasilkan distribusi ukuran (panjang) kristal menjadi *bi-modal* dan *multi-modal*, dan meningkatkan ukuran rata – rata kristal *patchouli alcohol* serta bentuk kristal yang dihasilkan adalah jarum (*needle*) dan balok.
8. Peningkatan ukuran *seed* akan menghasilkan distribusi ukuran (panjang) kristal menjadi semakin *uni-modal*, dan cenderung menurunkan ukuran rata – rata kristal *patchouli alcohol* serta bentuk kristal yang dihasilkan adalah jarum (*needle*), balok dan sedikit *irregular*.
9. Peningkatan suhu *seeding* akan menghasilkan distribusi ukuran (panjang) kristal menjadi semakin *uni-modal*, dan menurunkan ukuran rata – rata

kristal *patchouli alcohol* serta bentuk kristal yang dihasilkan adalah jarum (*needle*), balok dan sedikit *irregular*.

10. Peningkatan kecepatan pengadukan akan menghasilkan distribusi ukuran (panjang) kristal menjadi semakin *uni-modal*, dan meningkatkan ukuran rata – rata kristal *patchouli alcohol* serta bentuk kristal yang dihasilkan adalah jarum (*needle*), balok dan sedikit *irregular*.

5.2 Saran

Saran yang diperoleh dari hasil penelitian ini adalah :

1. Dalam eksperimen distilasi fraksinasi perlu digunakannya pompa vakum yang memiliki kemampuan tekanan vakum hingga mendekati -1atm (*gauge*) agar dapat diperoleh distilat minyak nilam yang berkadar *patchouli alcohol* tinggi dan tidak beraroma gosong.
2. Dalam eksperimen kristalisasi disarankan agar merubah suhu operasi kristalisasi dengan rentang suhu yang tidak terlalu besar serta penggunaan kecepatan pengadukan dibawah 40 rpm untuk menghindari terjadinya nukleasi sekunder.

LAMPIRAN A

Perhitungan Analisa

1. Perhitungan Densitas Minyak Nilam

- a. Menimbang piknometer kosong dan mencatat beratnya (W_0).
- b. Mengisi piknometer kosong dengan air sampai penuh, lalu menimbang dan mencatat massanya (W_1).
- c. Mengosongkan piknometer.
- d. Mengisi piknometer kosong dengan minyak nilam sampai penuh, lalu menimbang dan mencatat massanya (W_2).
- e. Melakukan perhitungan densitas minyak nilam sebagai berikut :

- Menentukan volume piknometer dengan rumus:

$$v = \frac{W_1 - W_0}{\rho_{air}}$$

- Menentukan densitas minyak nilam dengan rumus :

$$\rho_{minyak} = \frac{W_2 - W_0}{v}$$

- f. Contoh perhitungan :

- Massa piknometer 5 ml kosong = 8,7151 gr
- Volume Piknometer 5 ml = 4,9982 ml
- Berat piknometer yang berisi minyak = 13,3888 gr
- Berat minyak = 13,3888 gram – 8,7151 gram = 4,6737 gr
- $\rho_{minyak} = \frac{4,6737 \text{ gr}}{4,9982 \text{ ml}} = 0,9351 \text{ gr/ml}$

2. Perhitungan Yield Kristal

- a. Menimbang distilat minyak nilam dalam kristalizer (M_D).
- b. Menimbang *seed* kristal (M_S).
- c. Setelah proses kristalisasi selesai, menimbang massa kristal yang diperoleh (M_K)

- d. Melakukan perhitungan yield kristal sebagai berikut :

$$Yield (\%) = \frac{(M_K - M_S)}{M_D} \times 100\% \dots (3.1)$$

- e. Contoh perhitungan pada variabel K-1 :

- Massa distilat minyak nilam = 40,0332 gr
- Massa *seed* kristal = 0,4040 gr
- Massa produk kristal = 7,8967 gr
- $Yield (\%) = \frac{(7,8967 - 0,4040)}{40,0332} \times 100\% = 18,72 \%$

3. Perhitungan *Recovery Patchouli Alcohol*

- a. Menimbang distilat minyak nilam dalam kristalizer (M_D). Diketahui kadar PA distilat ($\%PA_D$).
- b. Menimbang *seed* kristal (M_S). Diketahui kadar PA *seed* ($\%PA_S$).
- c. Setelah proses kristalisasi selesai, menimbang massa kristal yang diperoleh (M_K). Diketahui kadar PA kristal ($\%PA_K$).
- d. Melakukan perhitungan *recovery patchouli alcohol* sebagai berikut :

$$Recovery (\%) = \frac{(M_K \times \%PA_K) - (M_S \times \%PA_S)}{M_D \times \%PA_D} \times 100\% \dots (3.2)$$

- e. Contoh perhitungan pada variabel K-1 :

- Massa distilat minyak nilam = 40,0332 gr
- Kadar PA distilat = 52,05%
- Massa *seed* kristal = 0,4040 gr
- Kadar PA *seed* = 92,09%
- Massa produk kristal = 7,8967 gr
- Kadar PA kristal = 93,40%
- $Recovery (\%) = \frac{(7,8967 \times 93,40\%) - (0,4040 \times 92,09\%)}{40,0332 \times 52,05\%} \times 100\% = 33,61 \%$

LAMPIRAN B

Hasil Eksperimen

Tabel B.1 Volume Distilat Minyak Nilam pada Distilasi Fraksinasi Vakum

Proses Distilasi ke -	Titik Didih Awal (°C)	Volume Distilat (ml)				Residu	Minyak Hilang
		Fraksi I (165-175°C)	Fraksi II (175-185°C)	Fraksi III (185-195°C)	Fraksi IV (195-205°C)		
1	165	307	199	226	169	28	71
2	166	293	256	178	188	44	41
3	166	281	219	232	210	23	35
4	167	297	221	199	199	12	72
5	167	305	215	230	192	33	25
6	170	272	218	189	193	59	69
7	168	293	214	219	200	22	52
8	167,5	296	234	207	177	11	75
Rata – rata		293	222	210	191	29	55
Jumlah		2.344	1.776	1.680	1.528	232	440

Tabel B.2 Densitas dan Kadar PA Distilat Minyak Nilam pada Distilasi Fraksinasi Vakum

No	No Fraksi	Rentang Suhu (°C)	Volume Distilat (ml)	Densitas*) (gr/ml)	% PA
1	Fraksi I	165 – 175	2.344	0,9351	13,41%
2	Fraksi II	175 – 185	1.776	0,9741	30,98%
3	Fraksi III	185 – 195	1.680	0,9888	42,73%
4	Fraksi IV	195 – 205	1.528	1,0192	52,05%
5	Residu	< 205	232	Tidak Diukur	Tidak Diukur

Tabel B.3 Variabel Eksperimen Kristalisasi

Kode Variabel K-	Massa <i>Seed</i> (gr)	Ukuran <i>Seed</i> (mesh)	Suhu <i>Seeding</i> (°C)	Kecepatan Pengadukan (rpm)	Waktu Operasi (hari)
1	0,40	80	10	40	2
2	0,80	80	10	40	2
3	1,20	80	10	40	2
4	0,40	70	10	40	2
5	0,80	70	10	40	2
6	1,20	70	10	40	2
7	0,40	60	10	40	2
8	0,80	60	10	40	2
9	1,20	60	10	40	2
10	0,40	80	20	40	2
11	0,80	80	20	40	2
12	1,20	80	20	40	2
13	0,40	70	20	40	2
14	0,80	70	20	40	2
15	1,20	70	20	40	2
16	0,40	60	20	40	2
17	0,80	60	20	40	2
18	1,20	60	20	40	2
19	0,40	80	30	40	2
20	0,80	80	30	40	2
21	1,20	80	30	40	2
22	0,40	70	30	40	2
23	0,80	70	30	40	2
24	1,20	70	30	40	2
25	0,40	60	30	40	2
26	0,80	60	30	40	2
27	1,20	60	30	40	2

28	1,20	70	10	50	2
29	1,20	70	10	60	2

Tabel B.4 Hasil Eksperimen Kristalisasi (1)

Kode Variabel K-	Massa Distilat (gr)	Massa <i>Seed</i> (gr)	Suhu Awal (°C)	Suhu <i>Seeding</i> (°C)
1	40,0332	0,4040	60,1	9,8
2	40,0167	0,8041	60,0	10,2
3	40,0480	1,2020	59,9	9,9
4	40,0203	0,4022	60,0	10,1
5	40,0292	0,8024	60,0	10,1
6	40,0220	1,2042	59,9	10,0
7	40,0311	0,4016	59,9	10,0
8	40,0327	0,8048	59,8	10,2
9	40,0090	1,2024	60,2	10,0
10	40,0295	0,4037	59,9	20,1
11	40,0113	0,8024	59,8	20,1
12	40,0188	1,2044	59,9	20,2
13	40,0337	0,4027	59,9	19,8
14	40,0360	0,8036	60,0	20,2
15	40,0210	1,2046	59,8	20,1
16	40,0274	0,4032	60,0	19,8
17	40,0149	0,8048	60,2	20,0
18	40,0175	1,2019	60,0	20,0
19	40,0408	0,4042	60,1	29,9
20	40,0269	0,8041	59,8	29,8
21	40,0112	1,2038	60,1	30,2
22	40,0236	0,4036	60,0	29,9
23	40,0162	0,8035	59,9	29,8

24	40,0250	1,2051	60,2	30,0
25	40,0353	0,4035	60,0	29,9
26	40,0321	0,8026	60,1	29,8
27	40,0060	1,2034	60,1	30,0

Tabel B.5 Hasil Eksperimen Kristalisasi (2)

Kode Variabel K-	Ratio <i>Seed</i> /Distilat	Massa Kristal (gr)	Yield Kristal	PA Kristal	<i>Recovery</i> PA
1	1,01%	7,8967	18,72%	93,40%	33,61%
2	2,01%	8,5147	19,27%	95,22%	35,37%
3	3,00%	9,5096	20,74%	99,07%	39,89%
4	1,00%	8,5112	20,26%	-	-
5	2,00%	9,3013	21,23%	-	-
6	3,01%	11,4397	25,57%	-	-
7	1,00%	9,7012	23,23%	-	-
8	2,01%	10,1783	23,41%	-	-
9	3,01%	12,0114	27,02%	-	-
10	1,01%	8,8430	21,08%	-	-
11	2,01%	9,3113	21,27%	-	-
12	3,01%	9,7441	21,34%	-	-
13	1,01%	10,0038	23,98%	-	-
14	2,01%	10,4402	24,07%	-	-
15	3,01%	12,5907	28,45%	-	-
16	1,01%	10,3549	24,86%	-	-
17	2,01%	11,3846	26,44%	-	-
18	3,00%	13,5109	30,76%	-	-
19	1,01%	5,9941	13,96%	-	-
20	2,01%	6,4109	14,01%	-	-
21	3,01%	7,2131	15,02%	-	-

22	1,01%	6,1649	14,39%	-	-
23	2,01%	6,6113	14,51%	-	-
24	3,01%	7,4033	15,49%	-	-
25	1,01%	8,6901	20,70%	-	-
26	2,00%	9,5501	21,85%	-	-
27	3,01%	10,4066	23,00%	-	-

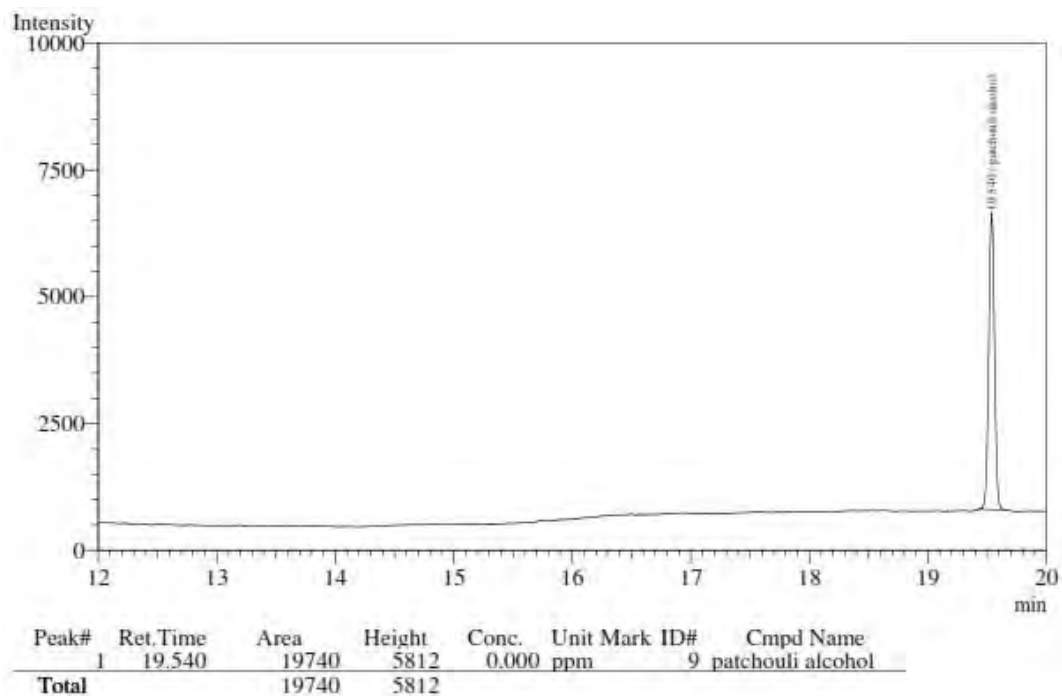
Tabel B.5 Hasil Eksperimen Kristalisasi (3)

Kode Variabel K-	Massa Distilat (gr)	Massa <i>Seed</i> (gr)	Suhu Awal (°C)	Suhu <i>Seeding</i> (°C)	Ratio <i>Seed</i> /Distilat	Massa Kristal (gr)	Yield Kristal
28	40,0122	1,2028	60,0	9,9	3,01%	7,7790	16,44%
29	40,0363	1,2033	60,1	10,2	3,01%	4,5516	8,36%

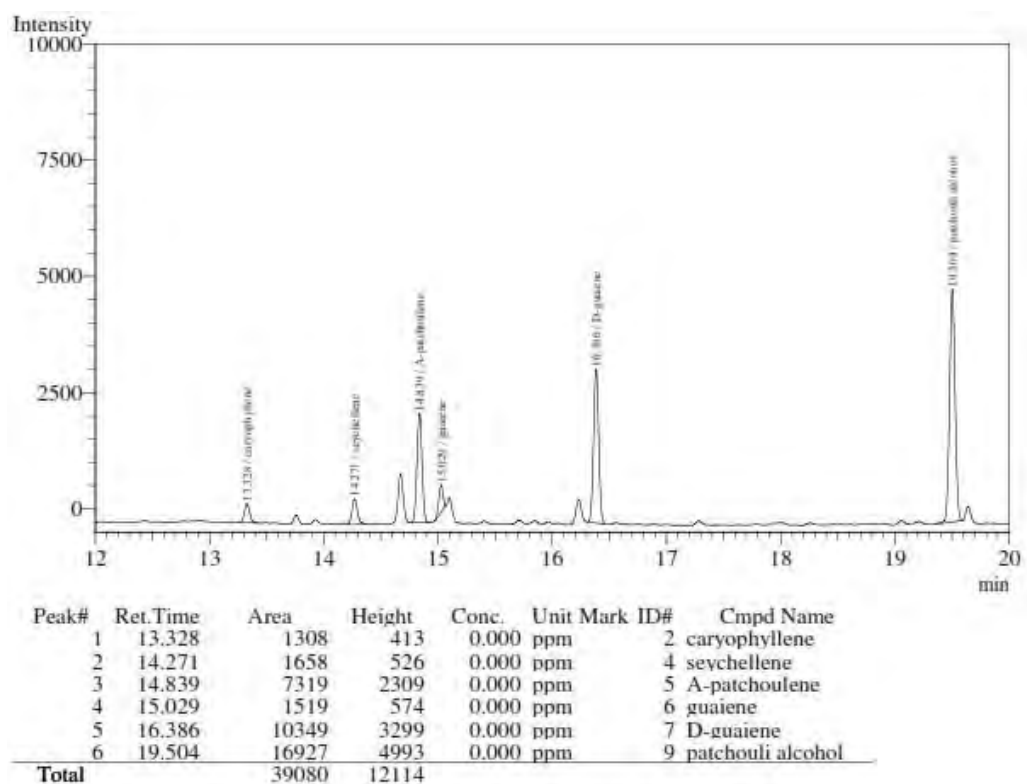
“Halaman Sengaja Dikosongkan”

LAMPIRAN C

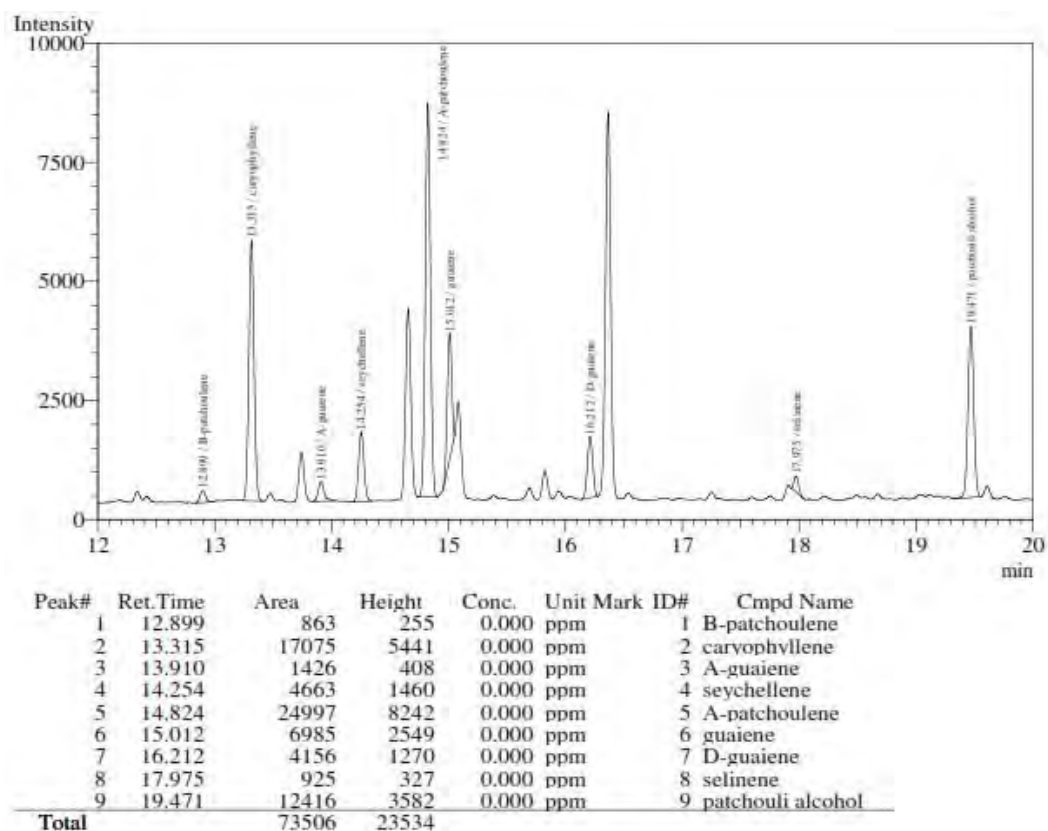
Hasil *Gas Chromatography*



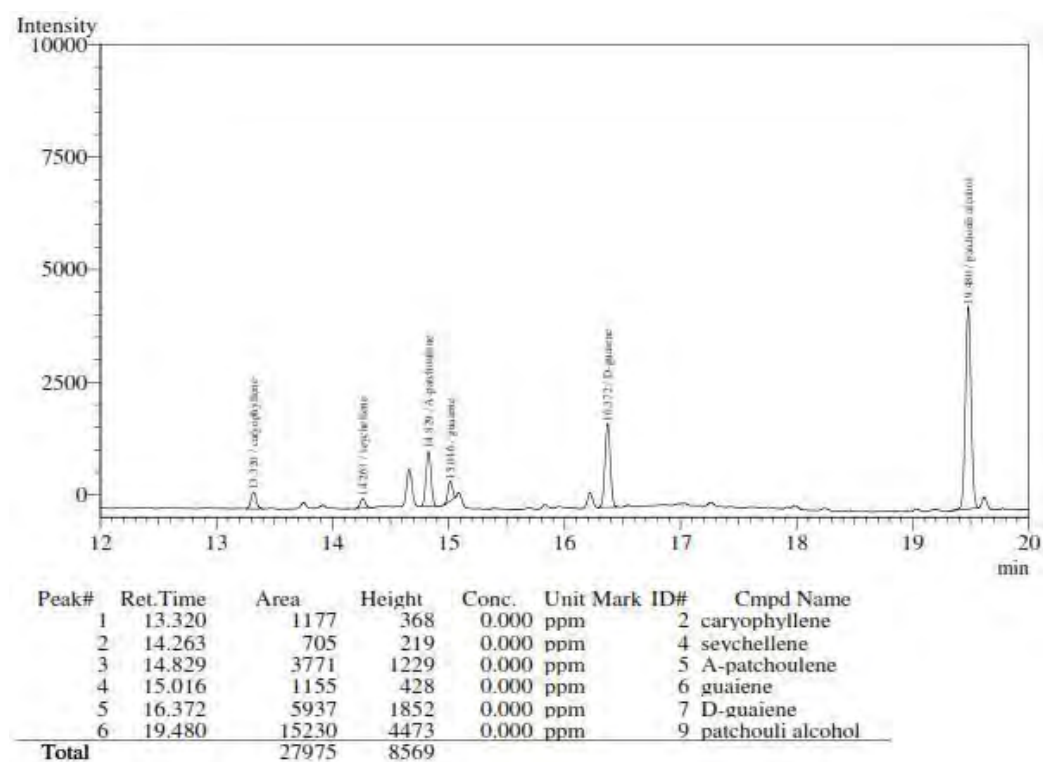
Gambar C.1 Kromatogram larutan standar *Patchouli Alcohol*



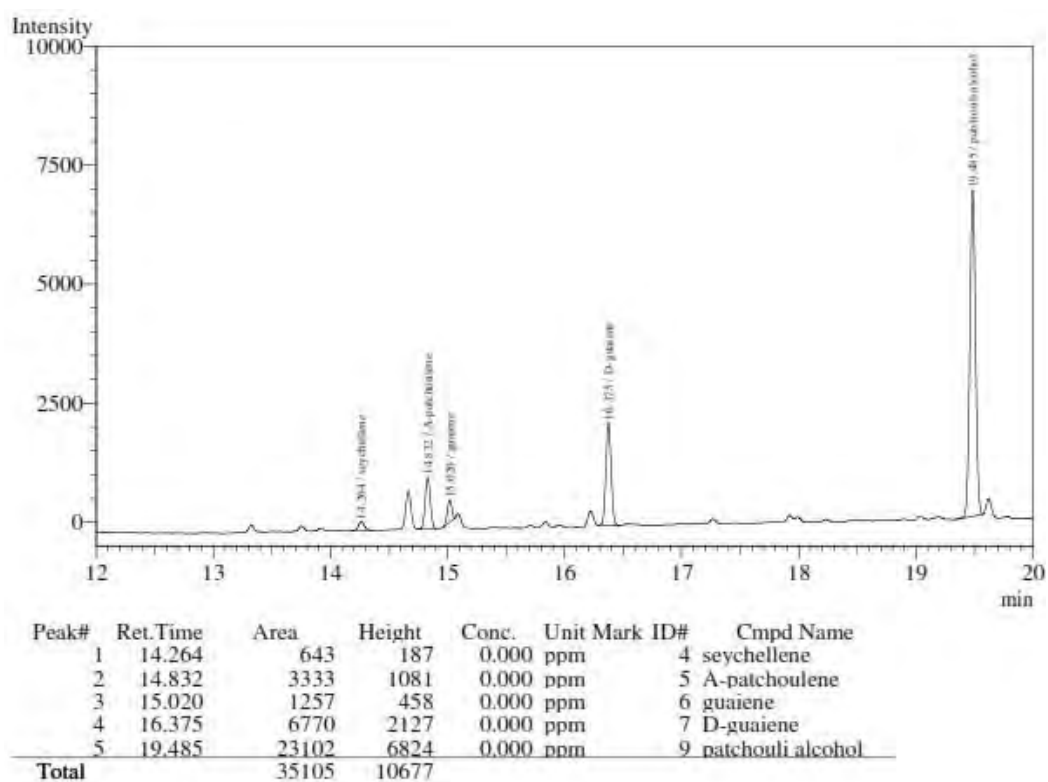
Gambar C.2 Kromatogram bahan baku minyak nilam



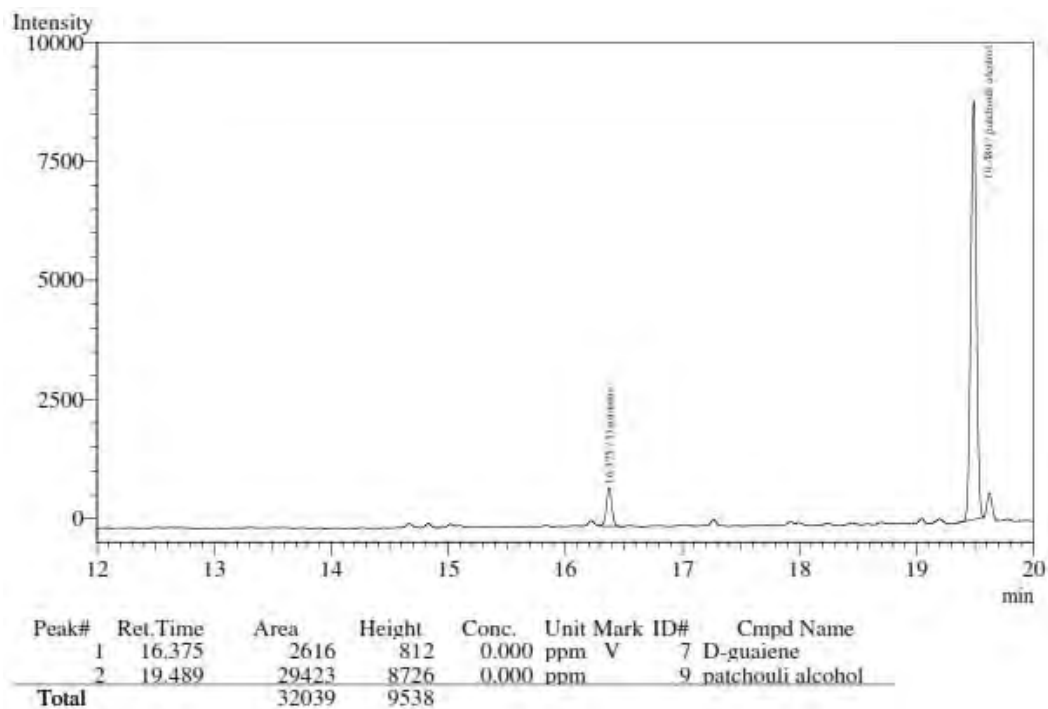
Gambar C.3 Kromatogram distilat fraksi I



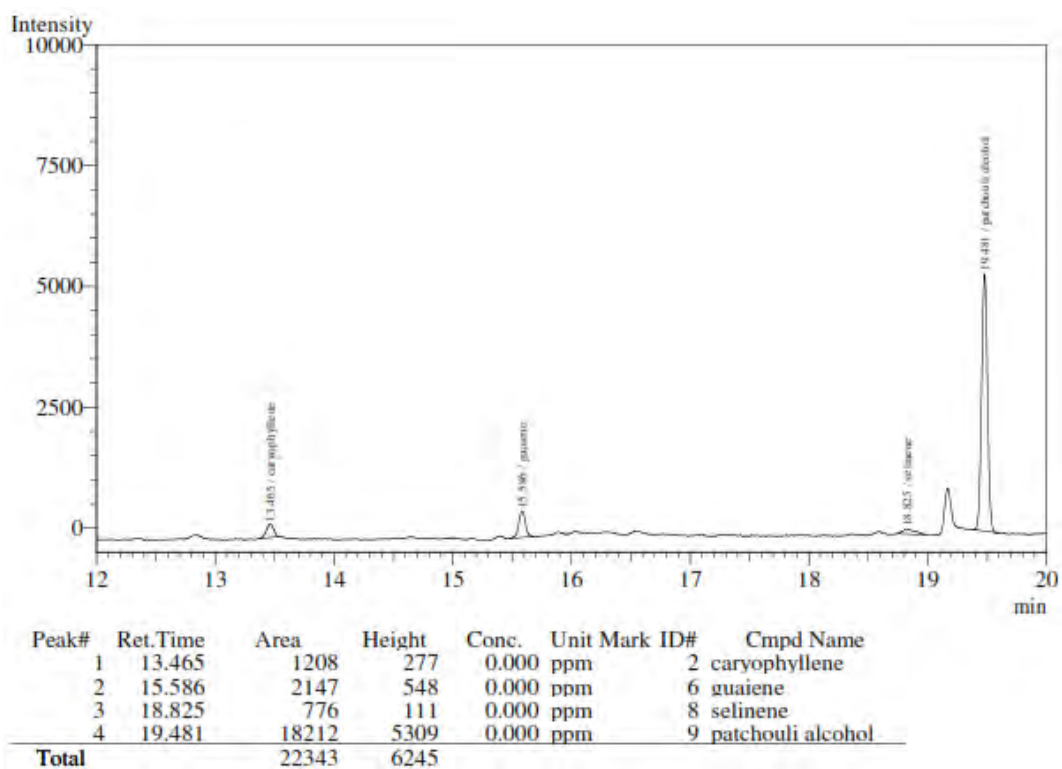
Gambar C.4 Kromatogram distilat fraksi II



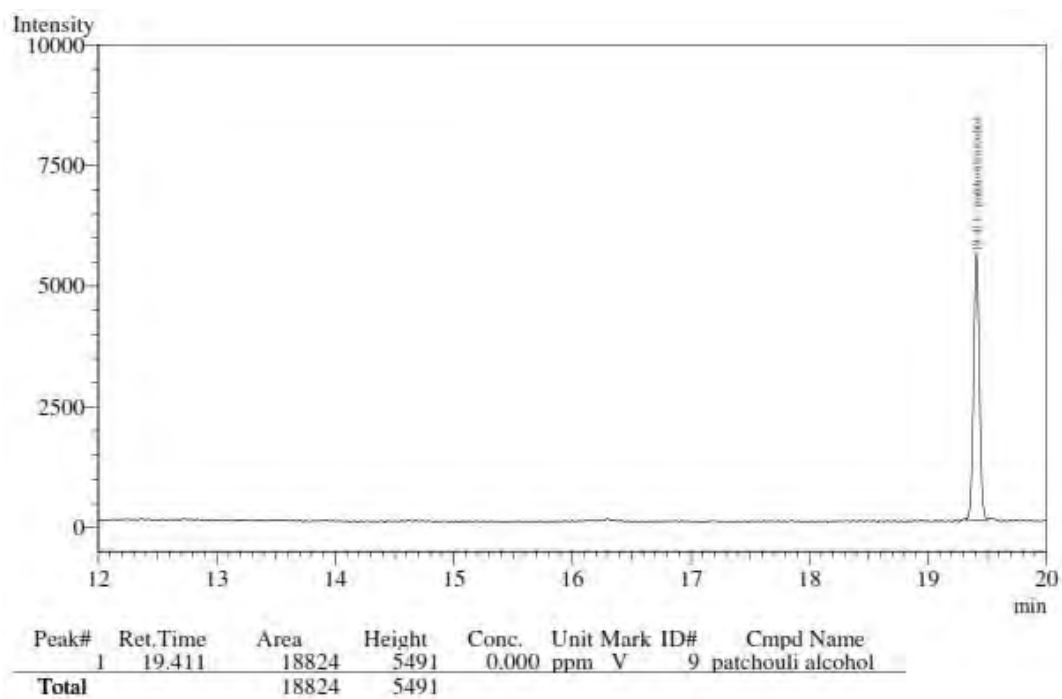
Gambar C.5 Kromatogram distilat fraksi III



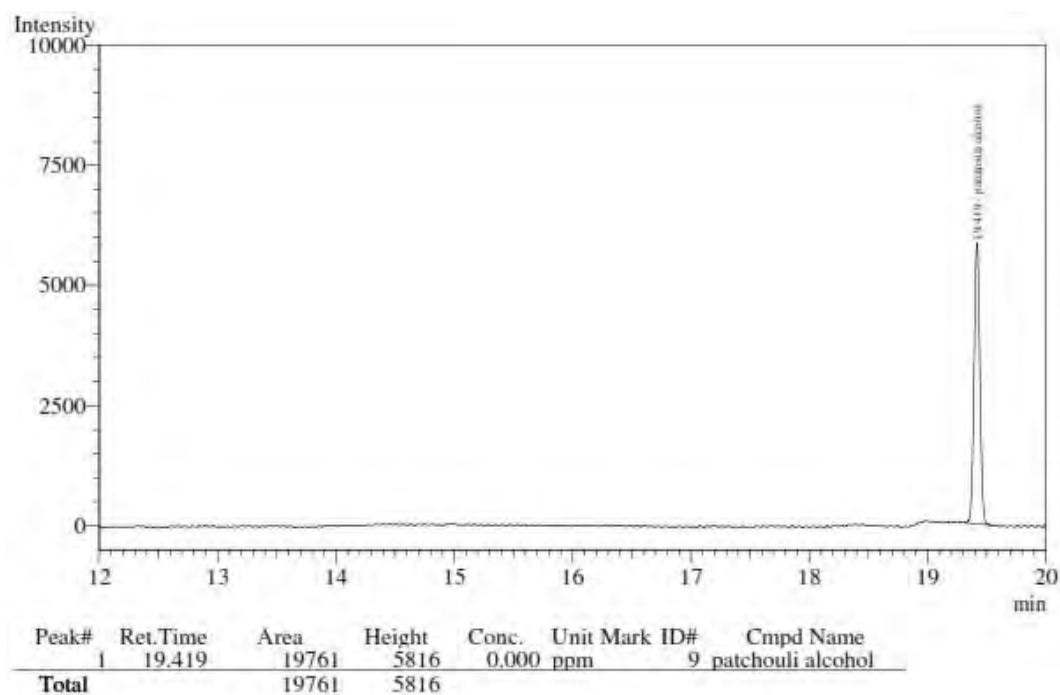
Gambar C.6 Kromatogram distilat fraksi IV



Gambar C.7 Kromatogram kristal variabel K-1



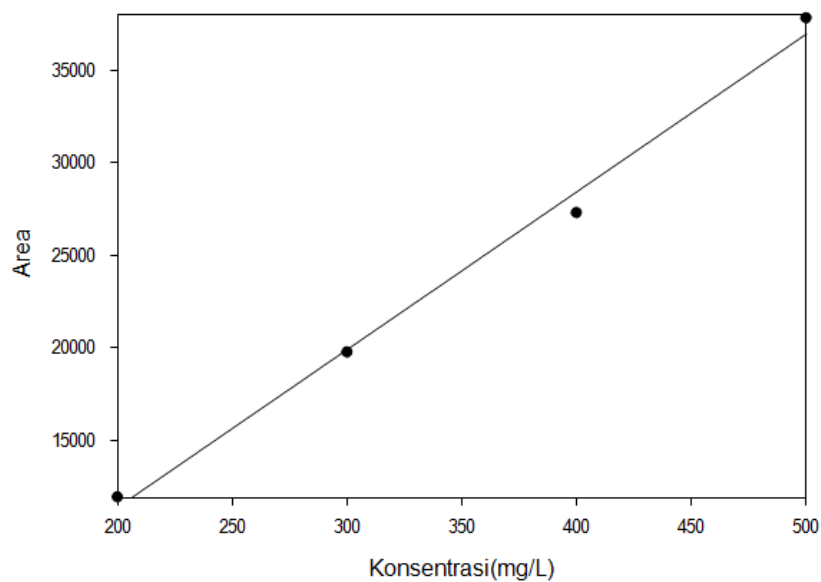
Gambar C.8 Kromatogram kristal variabel K-2



Gambar C.9 Kromatogram kristal variabel K-3

Perhitungan Analisa *Gas Chromatography*

1. Kurva Larutan Standar *Patchouli Alcohol*



$$A = -5625,9 + (85,1640C) \dots\dots (i); R^2 = 0,9936$$

A = luas area PA dalam kromatogram sample

C = konsentrasi PA (mg/l) dalam kromtogram sample

2. Penentuan Kadar *Patchouli Alcohol* Dalam Sampel Cairan

- Sample distilita minyak nilam ditimbang seberat 395 mg.
- Minyak nilam yang telah ditimbang dilarutkan dalam acetone murni hingga 10 mL (larutan ini disebut larutan induk sample).

Sampel	Massa Sample (mg) (m)	Faktor Pengenceran (Fp)	Luas Area PA (A)	% <i>Patchouli</i> <i>Alcohol</i>
Minyak Awal	394,9	50x	16.927	33,53
Fraksi I	394,8	25x	12.416	13,41
Fraksi IV	395,3	50x	29.423	52,05
Fraksi III	394,7	50x	23.102	42,73
Fraksi II	395,3	50x	15.230	30,98

- Sample distilat fraksi I dengan massa (**m**) 394,8 gram; diperoleh luas area PA sample (**A**) = 12.416.
- Dari persamaan (i), dengan **A** = 12.416 diperoleh konsentrasi PA sample (**C**) = 211,9663 mg/l.
- Kemudian dikalikan dengan faktor pengenceran untuk mendapatkan konsentrasi PA dalam larutan induk sample (**C'**); $C' = C * Fp = 211,9663 \text{ mg/l} \times 25 = 5.299,1581 \text{ mg/l}$
- Dengan volume larutan induk sample (**V**) 10 ml, maka diperoleh massa PA dalam larutan induk sample (**M**); $M = C' * V = 5.299,1581 \text{ mg/l} \times 0,01 \text{ l} = 52,9916 \text{ mg}$.
- Maka diperoleh kadar PA dalam sample (**% PA**); $\% \text{ PA} = M/m = 52,9916/394,8 = 13,41\%$.

3. Penentuan Kadar *Patchouli Alcohol* Dalam Sampel Padatan

- Padatan kristal ditimbang seberat 50 mg.

- Padatan kristal yang telah ditimbang dilarutkan dalam acetone murni hingga 50 mL (larutan ini disebut larutan induk).
- Ambil 3 mL dari larutan induk, lalu encerkan dengan acetone murni hingga 10 mL.

Sampel	Massa Sample (mg) (m)	Faktor Pengenceran (Fp)	Luas Area PA (A)	% <i>Patchouli</i> <i>Alcohol</i>
K-1	49,9	3,33x	18.212	93,40
K-2	50,2	3,33x	18.824	95,22
K-3	50,1	3,33x	19.761	99,07

- Sample K-1 dengan massa (**m**) 49,9 gram; diperoleh luas area PA sample (**A**) = 18.212.
- Dari persamaan (**i**), dengan **A** = 18.212 diperoleh konsentrasi PA dalam sample (**C**) = 277,9058 mg/l.
- Kemudian dikalikan dengan faktor pengenceran untuk mendapatkan konsentrasi PA dalam larutan induk sample (**C'**); **C' = C * Fp** = 277,9058 mg/l x 3,33 = 932,0864 mg/l.
- Dengan volume larutan induk sample (**V**) 50 ml, maka diperoleh massa PA dalam larutan induk sample (**M**); **M = C' * V** = 932,0864 mg/l x 0,05 l = 46,6043 mg.
- Maka diperoleh kadar PA dalam sample (**% PA**); **% PA = M/m** = 46,6043/49,9 = 93,40%.

4. Kondisi operasi:

- Column: DB-5HT, 15m x 0.320mm ID, 0.10µm Injection volume : 1 µL
- Injector : 280°C, split ratio 100:1 Carrier gas : helium
- Flow control mode: constant linear velocity (36.0cm/sec) Column inlet: 40°C
- Oven: 40°C(0.5 min)-5°C/min-300°C Interface: 280°C

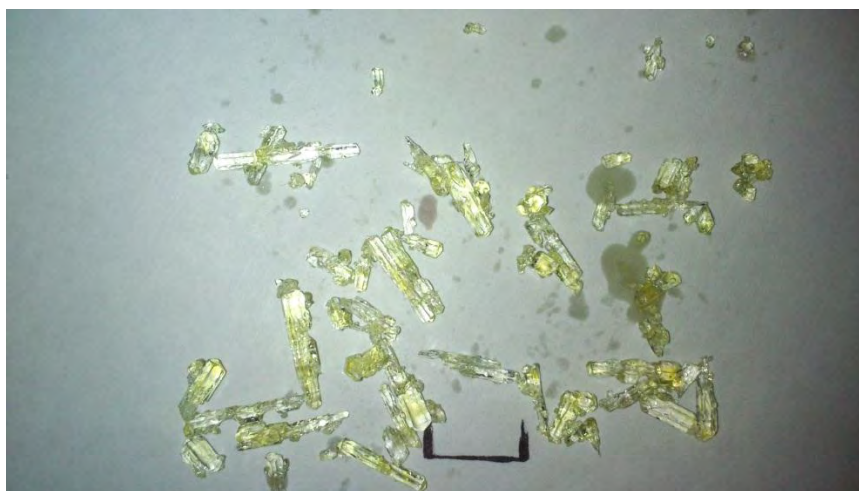
“Halaman Sengaja Dikosongkan”

LAMPIRAN D

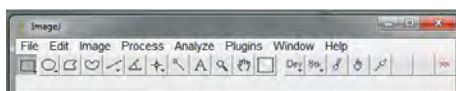
Analisa Distribusi Ukuran dan Ukuran Rata – Rata Kristal

Perhitungan Analisa Distribusi Ukuran Kristal dengan menggunakan *software image analysis* 'Image-J' dari hasil foto *digital camera*.

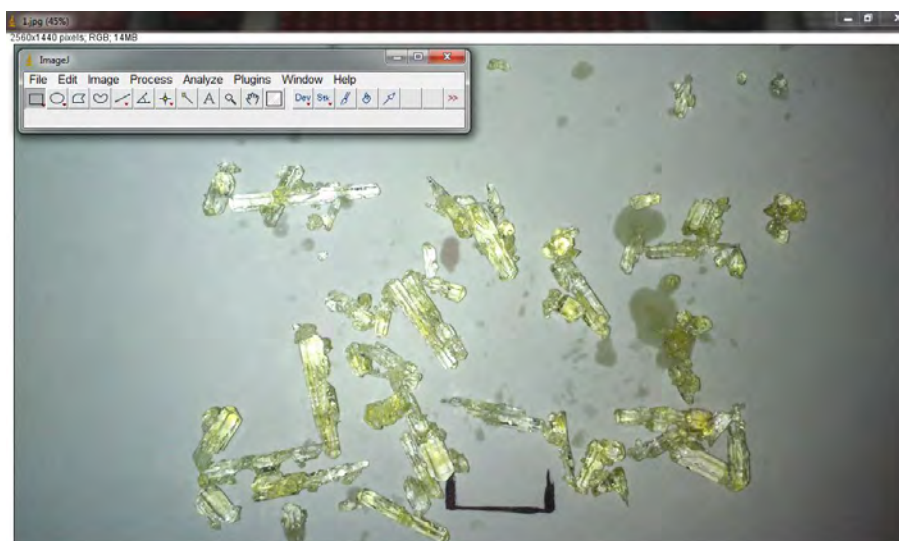
1. Gambar kristal PA dari *digital camera*




2. Membuka *software* Image-J



3. Membuka file foto *digital camera*



4. Melakukan kalibrasi ukuran pixel dalam foto menjadi ukuran panjang (mm). Memilih *straight line selection tool*  dalam toolbar Image-J. Kemudian membuat garis sesuai dengan skala dalam gambar (10 mm). Ketika menarik garis skala, akan muncul ukuran pixel garis tersebut.



Dari kalibrasi panjang garis 10 mm diperoleh panjang pixel 313,46.

5. Mengukur ukuran kristal dengan menggunakan *straight line selection tool*. Melakukan *zooming* pada gambar, kemudian menarik garis *straight line selection tool* pada setiap kristal yang diukur, kemudian ketik M dan akan muncul hasil panjang kristal dalam satuan pixel.



6. Setelah mengukur semua kristal, akan diperoleh hasil sebagai berikut :

	Angle	Length
1	4,7201	437,4837
2	-77,1250	395,2541
3	51,1702	314,8474
4	-56,5720	303,2417
5	-117,5973	198,5951
6	66,8937	162,4698
7	72,8973	94,8918
8	-81,8561	151,0438
9	160,6220	153,9120
10	-28,0508	155,6863
11	78,2875	167,3533
12	123,2663	226,3252
13	126,7193	152,5371
14	-14,3003	314,9744
15	116,7629	352,4063
16	150,0464	204,2439
17	13,7363	370,5995
18	16,8291	348,3957
19	135	135,7645
20	60,4287	204,2439
21	-26,2245	300,5299
22	111,9824	117,8549
23	-50,9457	217,6809
24	-14,4818	311,4325
25	-81,7928	210,0562
26	63,2629	149,0712
27	71,6915	143,3566
28	18,8119	96,7129
29	51,3409	121,3992
30	4,0562	268,6493
31	39,3885	157,9086

7. Hasil panjang kristal dalam pixel kemudian dikonversi menjadi panjang kristal dalam satuan mm. Kemudian data tersebut dikonversi menjadi data *polygon* frekuensi.

Tabel D.1 Hasil Pengukuran Panjang Kristal

Kristal	Panjang (pixel)	Panjang (mm)
1	437,4837	13,9566
2	395,2541	12,6094
3	314,8474	10,0443
4	303,2417	9,6740
5	198,5951	6,3356
6	162,4698	5,1831
7	94,8918	3,0272
8	151,0438	4,8186
9	153,9120	4,9101
10	155,6863	4,9667
11	167,3533	5,3389
12	226,3252	7,2202
13	152,5371	4,8662
14	314,9744	10,0483
15	352,4063	11,2425
16	204,2439	6,5158
17	370,5995	11,8229
18	348,3957	11,1145
19	135,7645	4,3312
20	204,2439	6,5158
21	300,5299	9,5875
22	117,8549	3,7598

23	217,6889	6,9447
24	311,4325	9,9353
25	210,0582	6,7013
26	149,0712	4,7557
27	143,3566	4,5734
28	95,7125	3,0534
29	121,3992	3,8729
30	268,6493	8,5704
31	157,9086	5,0376
32	212,6991	6,7855
33	158,6218	5,0604
34	113,1528	3,6098
35	193,7054	6,1796
36	203,4590	6,4907
37	254,6806	8,1248
38	97,3425	3,1054
39	291,4485	9,2978
Rata – rata (mm)		6,9228

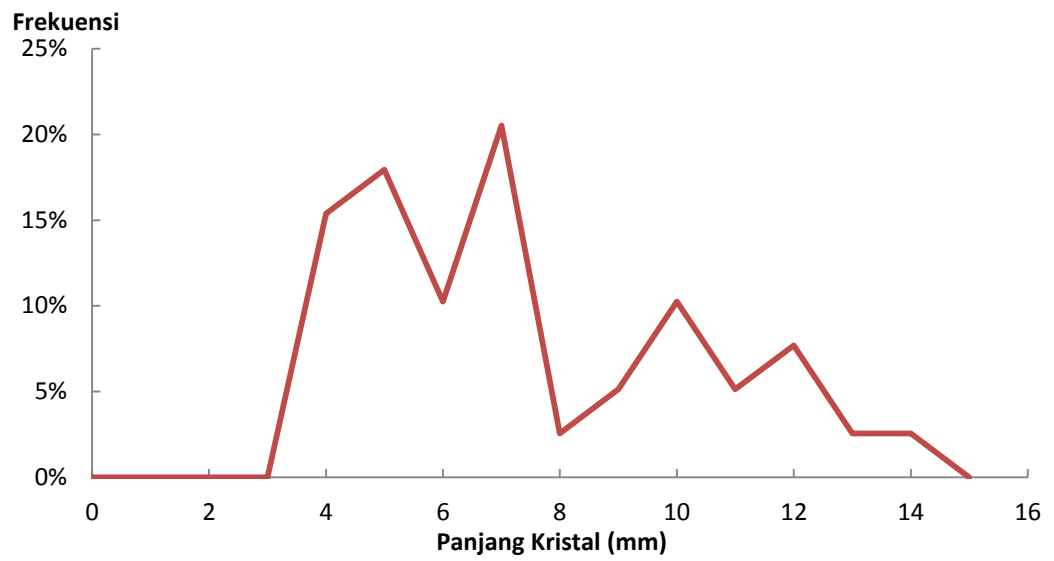
Persamaan konversi panjang (pixel) menjadi panjang (mm) :

$$Panjang (mm) = \frac{Panjang (pixel)}{313,46 \text{ pixel}} \times 10mm$$

Berikut adalah tabel frekuensi panjang kristal :

Panjang Kristal (mm)			Frekuensi	% Frekuensi
0	-	1	0	0,00%
1	-	2	0	0,00%
2	-	3	0	0,00%
3	-	4	6	15,38%
4	-	5	7	17,95%
5	-	6	4	10,26%
6	-	7	8	20,51%
7	-	8	1	2,56%
8	-	9	2	5,13%
9	-	10	4	10,26%
10	-	11	2	5,13%
11	-	12	3	7,69%
12	-	13	1	2,56%
13	-	14	1	2,56%
Jumlah			39	100,00%

Berikut adalah *polygon* frekuensi distribusi panjang kristal :



“Halaman Sengaja Dikosongkan”

DAFTAR NOTASI

Notasi	Keterangan	Satuan
Δc	Supersaturasi	gr/cm ³
σ	Supersaturasi relatif	-
c	Konsentrasi <i>solute</i> dalam larutan	gr/cm ³
c^*	Kelarutan <i>solute</i> pada <i>solvent</i>	gr/cm ³
M_D	Massa distilat minyak nilam	gr
M_K	Massa kristal <i>patchouli alcohol</i>	gr
M_S	Massa <i>seed</i> kristal <i>patchouli alcohol</i>	gr
PA	Persentase <i>patchouli alcohol</i>	-
PA_D	Persentase <i>patchouli alcohol</i> dalam distilat minyak nilam	-
PA_K	Persentase <i>patchouli alcohol</i> dalam kristal	-
PA_S	Persentase <i>patchouli alcohol</i> dalam <i>seed</i> kristal <i>patchouli alcohol</i>	-
S	Ratio supersaturasi	-

“Halaman Sengaja Dikosongkan”

Daftar Pustaka

- Aisyah, Y. (2010), "Identifikasi Sifat Fisiko-Kimia Komponen Penyusun Minyak Nilam", *Jurnal Hasil Penelitian Industri*, Vol. 23, No. 2, hal. 79-87.
- Akrap, M., Kuzmanic, N., dan Kardum, J.P. (2010), "Effect of Mixing on The Crystal Size Distribution of Borax Decahydrate in A Batch Cooling Crystallizer", *Journal of Crystal Growth*, Vol. 312, No. 24, hal. 3.603-3.608.
- Alam, P.N. (2007), "Aplikasi Proses Pengkelatan untuk Peningkatan Mutu Minyak Nilam Aceh", *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*, Vol. 6, No. 2, hal. 63-66.
- Al-Anshory, J., dan Hidayat, A.T., (2009), *Konsep Dasar Penyulingan dan Analisa Sederhana Minyak Nilam*, Laporan Penelitian Lembaga Penelitian dan Pengabdian Pada Masyarakat, Universitas Padjadjaran, Bandung.
- Al-Zoubi, N., dan Malamataris, S. (2003), "Effects of Initial Concentration and Seeding Procedure on Crystallisation of Orthorhombic Paracetamol from Ethanolic Solution", *International Journal of Pharmaceutics*, Vol. 260, No.1, hal. 123-125.
- Beckman, W. (2013), "Mechanism of Crystallization" dalam *Crystallization : Basic Concepts and Industrial Applications*, ed. Beckmann, W., Wiley-VCH., Weinheim, hal. 7-34.
- Berger, S., dan Sicker, D. (2009), *Classics in Spectroscopy : Isolation and Structure Elucidation of Natural Products*, WILEY-VCH Verlag GmbH, Weinheim.
- Bhatia, S.P., Letizia, C.S., dan Api, A.M. (2008), "Fragrance Material Review on Patchouli Alcohol", *Food and Chemical Toxicology*, Vol. 46, No. 11, hal. S255-S256.

- Busthan, M. (2011), "Peningkatan Mutu Minyak Nilam Hasil Distilasi Vakum dengan Pengkelatan", *Jurnal Hasil Penelitian Industri*, Vol. 24, No. 2, hal. 52-58.
- Doki, N., Kubota, N., Sato, A., dan Yokota, M. (2001), "Effect of Cooling Mode on Product Crystal Size in Seeded Batch Crystallization of Potassium Alum", *Chemical Engineering Journal*, Vol. 81, No. 34, hal. 313-316.
- Donelian, A., Carlson, L.H.C., Lopes, T.J., dan Machado, R.A.F. (2009), "Comparison of Extraction of Patchouli (*Pogostemon cablin*) Essential Oil with Supercritical CO₂ and by Steam Distillation", *The Journal of Supercritical Fluids*, Vol. 48, No. 1, hal. 15-20.
- Fan, L., Jin, R., Liu, Y., An, M., dan Chen, S. (2011), "Enhanced Extraction of Patchouli Alcohol from Pogostemon Cablin by Microwave Radiation-Accelerated Ionic Liquid Pretreatment", *Journal of Chromatography B : Analytical Technologies in The Biomedical and Life Sciences*, Vol. 879, No. 30, hal. 3653-3657.
- Fitzpatrick, J.J. (2012), "Crystallization Process Design" dalam *Handbook of Food Process Design*, eds. Ahmed, J., dan Rahman, M.S., Wiley-Blackwell, West Sussex, hal. 648-681.
- Frawley, P. J., Mitchell, N. A., O'Chiarda, C.T., dan Hutton, K.W. (2012), "The Effects of Supersaturation, Temperature, Agitation and Seed Surface Area on The Secondary Nucleation of Paracetamol in Ethanol Solutions", *Chemical Engineering Science*, Vol. 75, No. 19, hal. 183-197.
- Gunawan, W. (2009), "Kualitas dan Nilai Minyak Atsiri, Implikasi pada Pengembangan Turunannya", *Seminar Nasional : Kimia Bervisi SETS (Science, Environment, Technology, Society) Kontribusi Bagi Kemajuan Pendidikan dan Industri*, Himpunan Kimia Indonesia Jawa Tengah, Semarang.
- Häkkinen, A., (2009), *The Influence of Crystallization Conditions on The Filtration Characteristics of Sulphathiazole Suspensions*, Disertasi, Lappeenranta University of Technology, Lappeenranta, Finland.

- Harunsyah. (2011), "Peningkatan Mutu Minyak Nilam Rakyat melalui Proses Pemurnian", *Jurnal Teknologi Politeknik Negeri Lhokseumawe*, Vol. 11, No. 1, hal. 1-7.
- Hernani, Munazah dan Ma'mun. (2002), "Peningkatan Kadar Patchouli Alcohol dalam Minyak Nilam (*Pogostemon Cablin Benth.*) melalui Proses Deterpenisasi", *Prosiding Simposium Nasional II Tumbuhan Obat dan Aromatik*, Eds : Niola, B.P. et al., Pusat Penelitian Biologi, LIPI-KEHATI-APINMAP-UNESCO-JICA, Bogor, hal. 225-228.
- Hojjati, H., dan Rohani, S. (2005), "Cooling and Seeding Effect on Supersaturation and Final Crystal Size Distribution of Ammonium Sulphate in A Batch Crystallizer", *Chemical Engineering and Processing*, Vol. 44, No. 4, hal. 949-957.
- Irawan, T.A.B. (2010), *Peningkatan Mutu Minyak Nilam dengan Ekstraksi dan Destilasi pada Berbagai Komposisi Pelarut*, Thesis, Universitas Diponegoro, Semarang.
- Isfaroiny, R., dan Mitarlis. (2005), "Peningkatan Kadar *Patchouli Alcohol* pada Minyak Nilam (*Pogostemon Cablin Benth*) dengan Metode Distilasi Fraksinasi Vakum", *Berkala Penelitian Hayati*, Vol. 10, hal 123-127.
- Jagadesh, D., Kubota, N., Yokota, M., Sato, A., dan Taware, N.S. (1996), "Large and Mono-Sized Product Crystals From Natural Cooling Mode Batch Crystallizer", *Journal of Chemical Engineering of Japan*, Vol. 29, No. 5, hal. 865-873.
- Jagadesh, D., Kubota, N., Yokota, M., Doki, N., dan Sato, A. (1999), "Seeding Effect on Batch Crystallization of Potassium Sulfate Under Natural Cooling Mode and A Simple Design Method of Crystallizer", *Journal of Chemical Engineering of Japan*, Vol. 32, No. 4, hal. 514-520.
- Jeong, J.B., Choi, J., Lou, Z., Jiang, X., dan Lee, S.H. (2013), "Patchouli Alcohol, An Essential Oil of *Pogostemon Cablin*, Exhibits Anti-Tumorigenic Activity in Human Colorectal Cancer Cells", *International Immunopharmacology*, Vol. 16, No. 2, hal. 184-190.
- Jones, A.G. (2002), *Crystallization Process System*, Butterworth-Heinemann, Oxford.

- Kardum, J.P., Sander, A., dan Glasnović, A. (2005), "Batch Crystallization of KCl : The Influence of The Cooling and Mixing Rate on The Granulometric Properties of Obtained Crystals", *Chemical and Biochemical Engineering Quarterly*, Vol. 19, No. 1, hal. 39-47.
- Kiyohara, H., Ichino, C., Kawamura, Y., Nagai, T., Sato, N., dan Yamada, H. (2012), "Patchouli Alcohol : In Vitro Direct Anti-Influenza Virus Sesquiterpene in Pogostemon Cablin Benth", *Journal of Natural Medicines*, Vol. 66, No. 1, hal. 55-61.
- Laksmono, J.A., Agustian, E., dan Adilina, I.B. (2005), "Patchouli Alcohol Enrichment From Patchouli Oil Using Molecular Distillation Unit", *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*, Vol. 17, No. 3, hal. 74-79.
- Li, X.C., Zhang, Q.W., Yin, Z.Q., Zhang, X.Q., dan Ye, W.C. (2011a), "Preparative Separation of Patchouli Alcohol from Patchouli Oil Using High Performance Centrifugal Partition Chromatography", *The Journal of Essential Oil Research*, Vol. 23, No. 6, hal. 19-24.
- Li, Y.C., Xian, Y.F., Ip, S.P., Su, Z.R., Su, J.Y., He, J.J., Xie, Q.F., Lai, X.P., dan Lin, Z.X. (2011b), "Anti-Inflammatory Activity of Patchouli Alcohol Isolated from Pogostemonis Herba in Animal Models", *Fitoterapia*, Vol. 82, No. 8, hal. 1295-1301.
- Li, Y.C., Peng, S.Z., Chen, H.M., Zhang, F.X., Xu, P.P., Xie, J.H., He, J.J., Chen, J.N., Lai, X.P., dan Su, Z.R. (2012), "Oral Administration of Patchouli Alcohol Isolated from Pogostemonis Herba Augments Protection Against Influenza Viral Infection in Mice", *International Immunopharmacology*, Vol. 12, No. 1, hal. 294-301.
- Liao, J.B., Wu, D.W., Peng, S.Z., Xie, J.H., Li, Y.C., Su, J.Y., Chen, J.N., dan Su, Z.R. (2013), "Immunomodulatory Potential of Patchouli Alcohol Isolated from Pogostemon cablin (Blanco) Benth (Lamiaceae) in Mice", *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, Vol. 14, No. 4, hal. 559-565.
- Lorenz, H. (2013), "Solubility and Solution Equilibria in Crystallization" dalam *Crystallization : Basic Concepts and Industrial Applications*, ed. Beckmann, W., Wiley-VCH., Weinheim, hal. 35-74.

- Ma'mun dan Maryadhi, A., (2008),” *Isolasi Patchouli Alkohol dari Minyak Nilam untuk Bahan Referensi Pengujian dalam Analisis Mutu*”, Buletin Penelitian Tanaman Rempah dan Obat, Vol. 19, No. 1, hal. 95-99.
- Mersmann, A. (2001a), “Physical and Chemical Properties of Crystalline Systems” dalam *Crystallization Technology Handbook*, ed. Mersmann, A., Marcel Dekker, Inc., New York, hal. 1-44.
- Mersmann, A. (2001b), “Quality of Crystalline Products” dalam *Crystallization Technology Handbook*, ed. Mersmann, A., Marcel Dekker, Inc., New York, hal. 285-322.
- Mersmann, A., Heyer, C., dan Eble, A. (2001), “Activated Nucleation” dalam *Crystallization Technology Handbook*, ed. Mersmann, A., Marcel Dekker, Inc., New York, hal. 45-80.
- Myerson, A.S., dan Ginde, R., (2002), “Crystal, Crystal Growth, and Nucleation” dalam *Handbook of Industrial Crystallization*, 2nd edition, ed. Myerson, A.S., Butterworth-Heinemann, Boston, hal. 33-66.
- Mullin, J.W. (2001), *Crystallization*, 4th edition, Butterworth-Heinemann, Oxford.
- Nikiforov, A., Jirovetz, L., Buchbauer, G., dan Raverdino, V. (1988), “GC-FTIR and GC-MS in Odour Analysis of Essential Oils”, *Microchimica Acta*, Vol. 95, No. 1, hal. 193-198.
- O’Sullivan, B., Smith, B., dan Baramidze, G. (2012), *Recent Advances for Seeding a Crystallization Process : A Review of Modern Techniques*, Mettler Toledo-AutoChem, Columbia, USA.
- Randolph, A.D., dan Larson, M.A., (1988), *Theory of Particulate Processes : Analysis and Techniques of Continuous Crystallization*, 2nd edition, Academic Press, San Diego.
- Sander, A., dan Kardum, J.P. (2012), “Pentaerythritol Crystallization – Influence of The Process Conditions on The Granulometric Properties of Crystals”, *Advanced Powder Technology*, Vol. 23, No. 2, hal.191-198.
- Schwartz, A.M., dan Myerson, A.S. (2002), “Solutions and Solution Properties” dalam *Handbook of Industrial Crystallization*, 2nd edition, ed. Myersen, A.S., Butterworth-Heinemann, Boston, hal. 1-32.

- Silviana (2006), “Studi Awal Deterpenisasi Minyak Nilam melalui Ekstraksi dengan Pelarut Etanol”, Prosiding Konferensi Nasional Minyak Atsiri, Eds : Sirait et al., Dirjen IKM Departemen Perindustrian RI dan IPB Bogor, Solo, hal. 143-149.
- Spreitzer, H. (1990), “A Study on the Odour / Structure Relationship of Patchoulol and Norpatchoulol”, *Helvetica Chimica Acta*, Vol. 73, No. 6, hal. 1730-1733.
- Su, Z.Q., Wu, X.L., Bao, M.J., Li, C.W., Kong, S.Z., Su, Z.R., Lai, X.P., Li, Y.C. dan Chen, J.N. (2014), “Isolation of (-)-Patchouli Alcohol from Patchouli Oil by Fractional Distillation and Crystallization”, *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, Vol. 13, No. 3, hal. 359-363.
- Tong, J., Yuan, L., Guo, F., Wang, Z.H., Jin, L., Guo, W.S. (2012), “Selective Separation of Patchouli Alcohol from The Essential Oil of Cablin Potchouli by Inclusion Crystalline Method”, *Natural Product Research*, Vol. 27, No. 1, hal. 1-5.
- Tung, H., Paul, E.L., Middler, M., dan McCauley, J.A. (2009), *Crystallization of Organic Compounds : An Industrial Perspective*, John Wiley & Sons, Inc., New Jersey.
- Wey, J.S., dan Karpinski, P.H., (2002), “Batch Crystallization” dalam *Handbook of Industrial Crystallization*, 2nd edition, ed. Myersen, A.S., Butterworth-Heinemann, Boston, hal. 231-248.
- Widiyanto, D. dan Nugroho, S. (2010), *Pengaruh Kecepatan Pengadukan dan Volume Pelarut pada Kristalisasi Patchouli Alcohol dengan Metode Distilasi Vakum*, Skripsi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, Surabaya.
- Wu, H., Li, B., Wang, X., Jin, M., dan Wang, G. (2011), “Inhibitory Effect and Possible Mechanism of Action of Patchouli Alcohol Against Influenza a (H2N2) Virus”, *Molecules*, Vol. 16, No. 8, hal. 6489-6501.
- Xian, X.F., Li, Y.C., Ip, S.P., Lin, Z.X., Lai, X.P., dan Su, Z.R. (2011), “Anti-Inflammatory Effect of Patchouli Alcohol Isolated from Pogostemonis Herba in LPS-Stimulated RAW 264.7 Macrophages”, *Experimental and Therapeutic Medicine*, Vol 2, No. 3, hal. 545-550.

- Yudistira, A., dan Sufianti, N. (2009), *Kristalisasi Minyak Nilam melalui Peningkatan Kadar Patchouli Alcohol dengan Metode Distilasi Vakum, Distilasi Uap dan Distilasi dengan Metode Aerasi*, Skripsi, Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya, Surabaya.
- Zhu, Z.Y, dan Zhu, Q.S. (2009), “The Optimization and Kinetics Study on Microwave Extraction of Volatile Oil from Pogostemon Cablin(Blanco) Benth”, *Chemistry and Bioengineering*, Vol. 26, No. 11. hal 58-61.
- Zhu, Z.Y, Rhu, S.G., dan Zhu, Q.S. (2010), “Research on Ultrasound-Assisted Extraction of Volatile Oil from Patchouli”, *Chemistry and Bioengineering*, Vol. 27, No. 6. hal 85-87.
- Warstat, A., dan Ulrich, J. (2006), “Seeding during Batch Cooling Crystallization – An Initial Approach to Heuristic Rules”, *Chemical Engineering and Technology*, Vol. 29, No. 2, hal. 187-190.
- www.indesso.com/?page=product&sub=essential, diakses pada tanggal 21 Desember 2013, pukul 14.56 WIB.
- www.malya.co.id/products/patchouli-oil-light, diakses pada tanggal 21 Desember 2013, pukul 13.33 WIB.
- www.thegoodscentscompany.com/data/es1031631.html (a), diakses pada tanggal 24 Desember 2013, pukul 5.06 WIB.
- www.thegoodscentscompany.com/data/rw1040361.html (b), diakses pada tanggal 9 September 2013, pukul 14.07 WIB.
- www.thegoodscentscompany.com/gca/gc1031631.html (c), diakses pada tanggal 26 Desember 2013, pukul 13.00 WIB.